



REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira de Bejaia  
Faculté de Technologie  
Département des Mines et géologie

# *Memoire de Fin d'Etudes*

Présenté par :

LAIREDJ Kamel et ZERAR Hocine

En vue de l'obtention du Diplôme de Master  
Option : Valorisation des Ressources Minérales

## Thème

*Caractérisation et flottation d'un minerai  
plombo-barytique de l'ancienne mine  
d'Ichmoul (Wilaya de Batna)*

Soutenu le 01 /07 /2015 devant le jury composé de:

Président: M<sup>R</sup> Z. AIT HABIB  
Encadreur: M<sup>R</sup> N. LARACHI  
Examineur: M<sup>R</sup> B. AYADI

U.A.M. BEJAIA.  
U.A.M. BEJAIA.  
U.A.M. BEJAIA.

*Année Universitaire: 2014-2015*

## Remerciements

Le grand merci vient à dieu le tout puissant qui lui seul a donné la volonté à réaliser cet humble travail.

Nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères et les plus profonds à notre promoteur **N. LARACHI** pour sa qualité d'encadrement, sa disponibilité sa patience et son encouragement qu'il trouve ici nos profondes reconnaissances

Nous remercions notre honorable jury d'avoir assisté et évaluer ce modeste travail, on commence par le président Monsieur **Z. AIT HABIB** ainsi que l'examineur Monsieur **B. AYADI**

Nous tenons à remercier l'ingénieur responsable du laboratoire pédagogique des mines et géologie **Mlle Habiba** pour son aide et sa patience durant toute la période de travail

Nous tenons à remercier **Pr. ARKOUR** de nous avoir accueillis au laboratoire de recherche **LTMGP** pour effectuer des essais de flottation

Nous remercions aussi l'enseignant **RAMDANI** de nous avoir autorisés d'occuper le laboratoire de pédologie de la faculté des sciences de la Nature et de la Vie

Sans oublier l'ensemble de personnel des différents laboratoires (MDS, LPGP)

En fin nous tenons à remercions toutes les personnes ayant contribué de près ou de loins à la réalisation de ce travail.

Encore merci dieu

*- Dédicaces -*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes chers parents ;*

*"Maman et papa"*

*- A la mémoire de ma sœur -*

*A mes frères et mes sœurs ;*

*A tous et toutes  
mes amis (e) et mes collègues (e) ;*

*K. LAIREDJ*

## *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes chers parents ;*

*A mes frères Mohamed, Ismaïl, Youcef et  
Abdarrahmane ;*

*A toute la famille Zerar ;*

*A tous mes amis ;*

*A mes collègues et toute ma promotion ;*

*A toute mes professeurs.*

*Hocine*

# TABLE DES MATIÈRES

Introduction générale .....	1
-----------------------------	---

## CHAPITRE I. GÉNÉRALITÉS SUR LA FLOTTATION DES ESPÈCES MINÉRALES

I.1	Principe de la flottation.....	2
I.2	Hydrophobicité de surface .....	3
I.3	Processus de flottation .....	4
I.4	Probabilité de flottation.....	4
I.5	la granulométrie des particules .....	5
I.5.1	Flottation des grosses particules .....	5
I.5.2	Flottation des fines particules .....	6
I.6	Les réactifs de flottation.....	6
I.6.1	Les collecteurs :.....	6
I.6.2	Les moussants .....	8
I.6.3	Les modificateurs :.....	8
I.6.3.1	Activants et Déprimants :.....	8
I.6.3.2	Régulateurs de pH :.....	8
I.7	L'adsorption des réactifs sur la surface minérale.....	9
I.7.1	Principe de l'adsorption .....	9
I.7.3	Les type d'adsorption.....	10
I.7.3.1	L'adsorption physique (physisorption) .....	10
I.7.3.2	L'adsorption chimique (chimisorption) .....	11
I.8	Machines de flottation.....	11
I.8.1	Les cellules à agitation mécanique .....	11

## TABLE DES MATIÈRES

I.8.2	Les cellules pneumatiques.....	12
I.9	Les circuits de flottation.....	12
I.9.1	Circuits simples.....	12
I.9.2	Circuits complexes .....	13
I.10	Variables importantes de la flottation .....	14
I.11	Critères d'évaluation des résultats de flottation .....	15
I.11.1	Rendement de récupération du métal .....	15
I.12.2	Rendement pondéral du concentré.....	16
I.12.3	Taux de concentration.....	16

## CHAPITRE II. RECHERCHES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LA FLOTTATION DE PLOMB ET DE BARYTE

II.1	La baryte .....	17
II.1.1	Caractéristiques physico-chimiques de la barytine : .....	17
II.1.2	Technique de la flottation de la baryte : .....	17
II.1.3	Etudes effectuée sur la flottation de la baryte :.....	18
II.1.4	Exemple industriels sur la flottation de la baryte .....	21
II.2	Le galène.....	22
II.2.1	Propriétés du métal .....	22
II.2.2	Principaux minerais de plomb .....	22
II.3	Concentration des minerais.....	23
II.4	La flottation de la galène.....	23
II.5	études de la flottation de galène en ALGERIE (gisement plombo-zincifère d'Amizour).....	24

# TABLE DES MATIÈRES

## CHAPITRE III. MÉTHODES & MATÉRIELS UTILISÉS

III.1	Matériels utilisés .....	25
III.2	Caractérisation de minerai .....	28
III.2.1	Caractérisation granulométrique.....	28
III.2.1.1	Le coefficient d'uniformité ( <i>Cu</i> ).....	28
III.2.1.2	Le coefficient de courbure ( <i>Cc</i> ).....	29
III.2.2	Caractérisation minéralogique .....	29
III.2.2.1	Caractérisation par (DRX) .....	29
III.2.2.2	Principe de l'analyse DRX.....	30
III.2.3	Caractérisation chimique .....	30
III.2.3.1	Caractérisation par spectrométrie à fluorescence X.....	30
III.2.3.1.1	Principe d'analyse par spectrométrie à fluorescence X.....	30
III.2.3.2	Caractérisation par SAA.....	31
III.2.3.2.1	Mise en solution du minerai Plomb .....	31
III.2.3.2.2	Procédure mise en solution du minerai Pb .....	31
III.2.3.3	Analyse par infra-rouge.....	32
III.2.3.3.1	Le principe fonctionnel d'analyse par infra-rouge .....	32
III. 3	Description des protocoles des essais effectués.....	33
III.3.1	Étude de la consommation des collecteurs de la flottation.....	33
III.3.1.1	Etude de la consommation de l'acide oléique par la barytine .....	33
III.3.1.2	Etude de la consommation d'éthyle xanthate par la galène .....	33
III.3.2	Essais d'enrichissement de minerai par la technique de flottation .....	34
a.	Caractéristique de la pulpe .....	36

## TABLE DES MATIÈRES

b. Le conditionnement .....	36
III.3.3 Les paramètres de flottation étudiés .....	36

### CHAPITRE IV. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

IV.1 Caractérisation de minerai .....	39
IV.1.1 Analyse granulométrique .....	39
IV.1.2 Caractérisation minéralogique du minerai .....	41
IV.1.3 Caractérisation chimique .....	42
IV.1.3.1 Analyse par fluorescence X .....	42
IV.1.3.2 Analyse par Spectrométrie d'Adsorption Atomique .....	42
IV.2 Etude de la consommation des collecteurs .....	42
IV.2.1 Acide oléique sur la Baryte .....	42
IV.2.2 Éthyle Xanthate sur la galène .....	45
IV.3 Essais de flottation .....	47
IV.3.1 Flottation de plomb .....	49
IV.3.1.1 Etude de la flottation par le rendement pondéral .....	49
IV.3.1.2 Etude de la flottation par le rendement métal .....	52
IV.3.2 Flottation de Baryte .....	57
IV.3.2.1 Etude de la flottation de baryte par le rendement pondéral .....	57
IV.3.2.2 Etude de la flottation de baryte par rendement métal .....	60
Conclusion générale .....	66

Reference bibliographiques

Annexes

# LISTE DES FIGURES

## CHAPITRE I. GÉNÉRALITÉS SUR LA FLOTTATION DES ESPÈCES MINÉRALES

<b>Figure I.1.</b> Fixation des particules hydrophobes aux bulles d'air -----	02
<b>Figure I.2.</b> Angle de contact pour un système solide-liquide-gaz -----	03
<b>Figure I.3.</b> Mécanismes de flottation -----	05
<b>Figure I.4.</b> Structure d'un collecteur de flottation (Xanthate de potassium) -----	06
<b>Figure I.5.</b> Principaux collecteurs utilisés dans la flottation -----	07
<b>Figure I.6.</b> Interaction eau - bulle de gaz et agent moussant -----	08
<b>Figure I.7.</b> Cellule de flottation " Wemco 1+1 "-----	11
<b>Figure I.8.</b> Schéma d'une colonne de flottation -----	12
<b>Figure I.9.</b> Exemple de circuit simple de flottation pour un seul produit -----	13
<b>Figure I.11.</b> Approche holistique de la flottation -----	15

## CHAPITRE II. RECHERCHES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LA FLOTTATION DE PLOMB ET BARYTE

<b>Figure II.1.</b> barytine pure $BaSO_4$ -----	17
<b>Figure II.2.</b> Effet de pH sur la flottation de barytine du minerai siliceux en utilisant l'acide oléique-----	18
<b>Figure II.3.</b> Effet de l'acide citrique sur la séparation de la barytine fluorine en utilisant le mélange R801; R825 comme collecteur-----	20
<b>Figure II.4.</b> L'effet du silicate de sodium sur la flottation de barytine à l'aide de différents collecteurs -----	21

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure II.5.</b> La récupération de galène en fonction de pH avec $10^{-5}$ M d'éthyle xanthate-----	23
---	----

### CHAPITRE III. MÉTHODOLOGIE & MATÉRIELS UTILISÉS

<b>Figure III.1.</b> Les matériels utilisés -----	27
---	----

<b>Figure III.2.</b> Schéma de déroulement des essais de flottation-----	35
--	----

### CHAPITRE IV. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

<b>Figure IV.1.</b> Courbe de tamisât et de refus en fonction de la maille des tamis -----	40
--	----

<b>Figure IV.2.</b> Diffractogramme de rayons X de minerai étudié -----	41
---	----

<b>Figure IV.3.</b> Spectre d'infrarouge de baryte avec 500 (g/t) d'acide Oléique -----	43
---	----

<b>Figure IV.4.</b> Spectre d'infrarouge de Baryte avec 1000 g/t d'acide Oléique -----	43
--	----

<b>Figure IV.5.</b> Spectre d'infrarouge de baryte avec 1500 (g/t) d'Acide Oléique -----	44
--	----

<b>Figure IV.6.</b> Spectre d'infrarouge de baryte pure -----	44
---	----

<b>Figure IV.7.</b> Spectre d'infrarouge de galène pure -----	45
---	----

<b>Figure IV.8.</b> Spectre d'infrarouge de galène avec 100 (g/t) de xanthate -----	46
---	----

<b>Figure IV.9.</b> Spectre d'infrarouge de galène avec 200 (g/t) de xanthate -----	46
---	----

<b>Figure IV.10.</b> Spectre d'infrarouge de galène avec 300 (g/t) de xanthate -----	47
--	----

<b>Fig.IV.11.</b> Histogramme des rendements pondéraux des concentrés en fonction de temps de raclage (essais 1 et 2) -----	50
---	----

<b>Fig. IV.12.</b> Histogramme des rendements pondéral des concentrés en fonction de quantité des collecteurs g/t (essais 2 et 3) -----	51
---	----

<b>Figure IV.13.</b> Histogramme des rendements pondéral des concentrés en fonction de l'ajout de l'acide tannique -- -----	52
---	----

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure IV.14.</b> Dépôt de plomb sur le minéralisateur lors de la mise en solution-----	53
<b>Figure IV.15.</b> Diffractogramme DRX de concentré 01 de Pb de l'essai 02-----	54
<b>Figure IV.16.</b> Diffractogramme DRX de concentré 01 de Pb de l'essai 04-----	54
<b>Figure IV.17.</b> Diffractogramme DRX de concentré 01 de Pb de l'essai 05 -----	55
<b>Figure IV.18.</b> Diffractogramme DRX de résidu 01 de Pb de l'essai 02 -----	56
<b>Figure IV.19.</b> Diffractogramme DRX de résidu 01 de Pb de l'essai 04 -----	56
<b>Figure IV.20.</b> Diffractogramme DRX de résidu 01 de Pb de l'essai 05 -----	57
<b>Figure IV.21.</b> Histogramme de l'Effet de lavage sur le rendement pondéral des concentrés (essais 1 et 2) -----	58
<b>Figure IV.22.</b> Histogramme de l'effet de la quantité de collecteur sur le rendement pondéral (essais 2 et 3) -----	69
<b>Figure IV.23.</b> Histogramme de l'effet de l'acide tannique sur le rendement pondéral des concentrés de baryte (essais 3 et 4) -----	60
<b>Figure IV.24</b> Diffractogramme de rayons X de C1 de baryte (essai 01) -----	61
<b>Figure IV.25.</b> Diffractogramme de rayons X de C2 de baryte (essai 01) -----	61
<b>Figure IV.26</b> Diffractogramme de rayons X de C1 de baryte (essai 02) -----	62
<b>Figure IV.27.</b> Diffractogramme de rayons X de C2 de baryte (essai 02) -----	62
<b>Figure IV.28.</b> Diffractogramme de rayons X de C1 de l'essai 03 -----	63
<b>Figure IV.29.</b> Diffractogramme de rayons X de C2 de l'essai 03 -----	63
<b>Figure IV.30.</b> Diffractogramme de rayons X de C1 de l'essai 04 -----	64
<b>Figure IV.31.</b> Diffractogramme de rayons X de C2 de l'essai 04 -----	64
<b>Figure IV.32.</b> Le schéma proposé pour la flottation plombo-barytique -----	65

# LISTE DES TABLEAUX

## CHAPITRE I. GÉNÉRALITÉS SUR LA FLOTTATION DES ESPÈCES MINÉRALES

<b>Tableau I.1.</b> Types de situations en cas d'adsorption .....	10
---	----

## CHAPITRE II. RECHERCHES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LA FLOTTATION DE PLOMB ET BARYTE

<b>Tableau II.1.</b> Effet de différents Collecteurs sur la flottation de barytine de résidus de sulfures .....	20
---	----

<b>Tableau II.2.</b> Principaux mines au monde qui enrichissent la baryte par flottation.....	22
---	----

<b>Tableau II.3.</b> Principaux minerais de plomb.....	23
--	----

<b>Tableau II.4.</b> Principaux réactifs de la flottation de galène.....	25
--	----

## CHAPITRE III. MÉTHODOLOGIE & MATÉRIELS UTILISÉS

<b>Tableau III.1.</b> Dosage de l'acide Oléique .....	34
---	----

<b>Tableau III.2.</b> Dosage d'éthyle xanthate .....	35
--	----

<b>Tableau III.3.</b> Les Réactifs utilisées pour la flottation de plomb et la barytine .....	37
---	----

<b>Tableau III.5.</b> Les paramètres affectés de la 1 <sup>ère</sup> expérience de flottation .....	38
---	----

<b>Tableau III.6.</b> L'influence de l'augmentation de temps de raclage dans la 2 <sup>ème</sup> expérience de flottation .....	38
---	----

<b>Tableau III.7.</b> L'influence de l'augmentation de quantité des collecteurs .....	38
---	----

<b>Tableau III.8.</b> L'influence de l'acide tannique comme déprimant de calcite (flottation de barytine) .....	39
---	----

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau III.9.</b> L'effet de l'acide tannique comme déprimant de calcite (flottation de plomb) -----	39
---	----

### CHAPITRE IV. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

<b>Tableau IV.1.</b> Répartition granulométrique du minerai étudié	40
<b>Tableau IV.3.</b> Résultats d'analyse du minerai par SAA	43
<b>Tableau IV.4.</b> Résultats de l'essai 01 de flottation -----	49
<b>Tableau IV.5.</b> Résultats de l'essai 02 de flottation -----	49
<b>Tableau IV.6.</b> Résultats de l'essai 03 de flottation -----	49
<b>Tableau IV.7.</b> Résultats de l'essai 04 de flottation -----	50
<b>Tableau IV.8.</b> Résultats de l'essai 05 (flottation de plomb) -----	50
<b>Tableau IV.9.</b> Effet de temps de raclage sur le rendement pondéral (essais 01 et 02) -----	50
<b>Tableau IV.10.</b> Effet de quantité de collecteurs sur le rendement pondéral (essais 02 et 03) -----	51
<b>Tableau IV.11.</b> Effet de l'acide tannique sur le rendement pondéral (essais 03 et 05) -----	52
<b>Tableau IV.12.</b> Les teneurs en plomb (%) données par SAA -----	54
<b>Tableau IV.13.</b> Effet de lavage sur le rendement pondéral des concentrés (essais 1 et 2) -----	58
<b>Tableau IV.14.</b> Effet de la quantité de collecteur sur le rendement pondéral (essai 02 et 03) -----	59
<b>Tableau IV.15.</b> Effet de l'acide tannique sur le rendement pondéral -----	60

## Liste d'abréviations

**LTMGP** : Laboratoire de technologie et de matériau de génie des procédés ;

**LPMG** : Laboratoire pédagogique des mines et géologie ;

**LMDS** : Laboratoire de mécanique des sols ;

**LPGP** : Laboratoire pédagogique de génie des procédés ;

$\gamma_{S/G}$  : la tension superficielle de l'interface solide-gaz ;

$\gamma_{S/L}$  : La tension superficielle de l'interface solide-liquide ;

$\gamma_{L/G}$  : La tension superficielle de l'interface liquide-gaz ;

**C** : Concentré ;

**R** : Résidu ;

**Pré** : Prélèvement ;

**A** : Alimentation ;

**DRX** : Diffraction des rayons X ;

**IR** : Infra Rouge ;

**FX** : Fluorescence X ;

**SAA** : Spectrométrie d'adsorption atomique.

## Introduction générale

La minéralisation plombo-barytique pouvait s'associer dans un gisement comme celle de l'ancienne mine d'Ichmoul (wilaya de Batna) disposant des réserves importantes en baryte et en galène. L'enrichissement de ce type de minerai sera extrêmement difficile, par les méthodes gravimétriques. En effet, les deux mines opérationnelles produisant la baryte en Algérie, à partir d'un minerai seulement barytique, par ces méthodes affichent des insuffisances en termes de qualité de concentré fini malgré l'exigence de client SONATRACH est seulement d'avoir un produit barytique de densité 4,2.

Parmi les méthodes d'enrichissement qui peuvent augmenter la qualité de concentré est la flottation. La flottation est l'une des meilleures méthodes les plus applicables dans l'enrichissement du minerai à plusieurs minéralisations. Pour les avantages de cette méthode nous allons l'appliquer sur le minerai d'Ichmoul.

A cette problématique nous avons tracé les objectifs suivants :

- Caractérisation de minerai ;
- Etude de consommation des collecteurs sur des échantillons purs de galène et de baryte ;
- Essais de flottation en variant certains paramètres.

Pour atteindre les objectifs de ce présent travail nous avons subdivisé notre travail en deux parties :

- Une recherche bibliographique représentée par deux chapitres dont le premier nous avons donné une généralité sur la flottation des espèces minérales et dans le deuxième une recherche sur des études ou des essais de flottation de plomb et de baryte qui ont été déjà faite
- Une partie expérimentale, englobe deux chapitres : un chapitre pour décrire les différents protocoles des expériences effectuées ainsi que le matériel utilisé et l'autre pour rapporter les résultats et leurs interprétations.

Et enfin nous terminerons par une conclusion générale.

## Chapitre I. Généralités sur la flottation des espèces minérales

### Introduction

A la fin du XIXe siècle, la découverte de gisements métalliques à minéralisations fines et disséminées a rendu les méthodes d'enrichissement basées sur l'exploitation des propriétés massiques des minéraux difficilement applicables. L'industrie minière a appliquée alors le procédé de flottation, en exploitant les propriétés superficielles des phases minérales en milieu aqueux. Ce procédé a lui permis de rentabiliser la valorisation des minerais. [1]

### I.1 Principe de la flottation

La flottation est basée sur les propriétés hydrophobes et hydrophiles des surfaces des solides. Ces propriétés peuvent être naturelles ou stimuler à l'aide d'un réactif approprié qui est ajouté dans la pulpe. Lorsque l'air est introduit sous forme de petites bulles, il se produit un transport sélectif des particules hydrophobes. Les particules présentant des surfaces hydrophobes fixent aux bulles d'air lorsqu'elles entrent en collision avec elles. Les bulles d'air entraînent ces particules jusqu'à la surface de la pulpe ou elles forment une mousse chargée. Par contre, les particules présentant des surfaces hydrophiles ne se lient pas aux bulles d'air et restent en suspension dans la pulpe. [2]

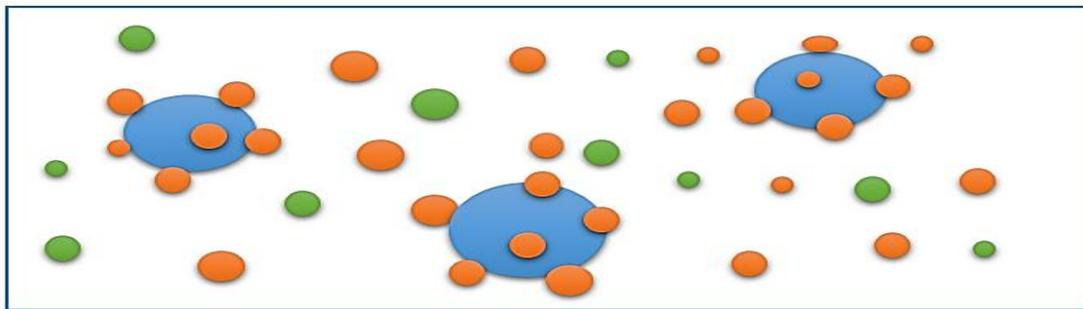


Figure I.1. Fixation des particules hydrophobes aux bulles d'air. [2]

-  Bulle d'air
-  Particule a surface hydrophile
-  Particule a surface hydrophobe

## I.2 Hydrophobicité de surface

L'hydrophobicité peut se définir par la valeur de l'angle de contact d'un système solide-liquide-gaz, angle qui dépend de la valeur des tensions superficielles entre les trois phases. L'angle de contact est souvent déterminé par l'équation de Young qui décrit l'équilibre du système selon les situations (a) ou (b) de la figure I.2. [3]

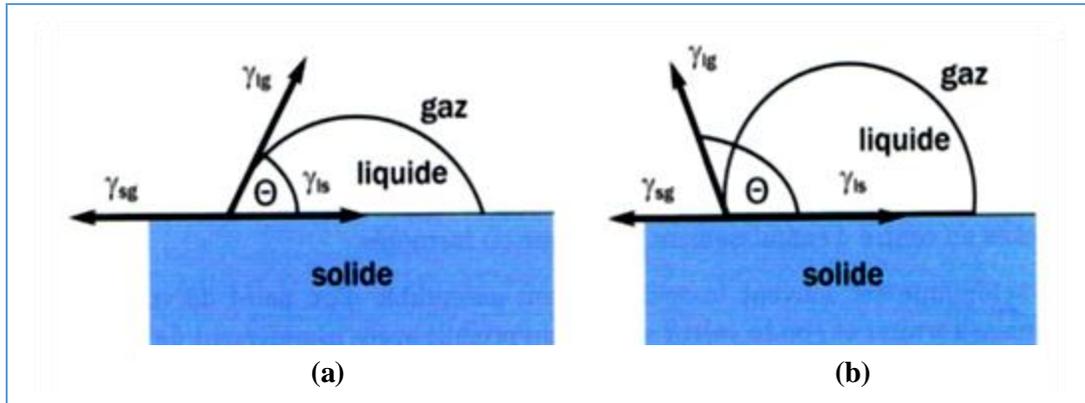


Figure I.2. Angle de contact pour un système solide-liquide-gaz. [3]

Etant donné que pour la situation a),

$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cos \theta \quad (I.1)$$

Pour la situation b),

$$\gamma_{sl} = \gamma_{sg} + \gamma_{lg} \cos (\pi - \theta) = \gamma_{sg} - \gamma_{lg} \cos \theta \quad (I.2)$$

L'équation de l'angle de contact est,

$$\cos \theta = (\gamma_{sg} - \gamma_{sl}) / \gamma_{lg} \quad (I.3)$$

Si l'angle de contact est plus petit que  $90^\circ$ , la surface du solide est hydrophile. Par contre si l'angle de contact est plus grand que  $90^\circ$ , la surface du solide est hydrophobe. [4]

L'angle de contact traduit également le travail d'adhésion  $W$  d'un liquide sur la surface solide qui est déterminé par la relation de Young-Dupré de la manière suivante :

$$W = \gamma_{lg} (1 + \cos \theta) \quad (I.4)$$

Globalement le mouillage d'un solide par un liquide polaire comme l'eau se traduit par un angle proche de  $90^\circ$  avec ;

$$W = 2 \gamma_{lg} \quad (I.5)$$

Une valeur de  $90^\circ$  traduit une mouillabilité partielle et détermine le point de passage d'une surface plutôt hydrophile vers une surface solide plutôt hydrophobe.

### I.3 Processus de flottation

Le minerai finement broyé est mis en suspension dans l'eau, la pulpe ainsi obtenue est traité avec certains réactifs chimique, appelées collecteurs dont le rôle est rendre hydrophobe la surface des substances solides. Pour rendre sélective l'action du collecteur, d'autres réactifs sont utilisés, servant à activer ou déprimer un minéral donné.

La pulpe, est introduite dans la cellule de flottation, qui n'est qu'un réacteur muni d'un agitateur, à travers duquel l'air nécessaire à la flottation passe du bas vers le haut.

La dimension des bulles d'air, est contrôlée par l'agitation et la présence d'un agent surfactant à l'interface liquide gaz, appelé moussant. Ces dernières, se fixent sur les particules solides, dont la surface est hydrophobe et sous l'action de la pousse d'Archimède résultante, l'ensemble particules-bulles d'air flotte à la surface du réacteur. Suivant la quantité et le type de moussant utilisé, on peut former une écume dynamiquement stable à la surface de la cellule où vont se rassembler les particules flottés. L'écume ainsi enrichie en phase solide, est dégagée et constitue le concentré de flottation et de la gangue est récupérée au fond de la cellule. <sup>[05]</sup>

Comme norme générale si le minéral de valeur qui est flotté, laissant la gangue de pulpe à rejeter. Cette procédure s'appelle flottation directe, par opposition à la flottation inverse où la gangue est éliminée dans la fraction flottée.

### I.4 Probabilité de flottation

La probabilité de flottation d'une particule hydrophobe dépend des probabilités de collision, d'adhésion entre cette particule et une bulle d'air et du non rupture de leur

adhésion (figure 1.3). La probabilité de flottation <sup>[06]</sup> est reliée au taux de réussite de chaque de ces étapes par la relation :

$$PF = PC \times PA \times (1 - PS) \quad (I.6)$$

Ou :  
P<sub>F</sub> : Probabilité de flottation ;  
P<sub>c</sub> : Probabilité de collision ;  
P<sub>A</sub> : Probabilité d'adhésion ;  
P<sub>S</sub> : Probabilité de rupture de l'agrégat.

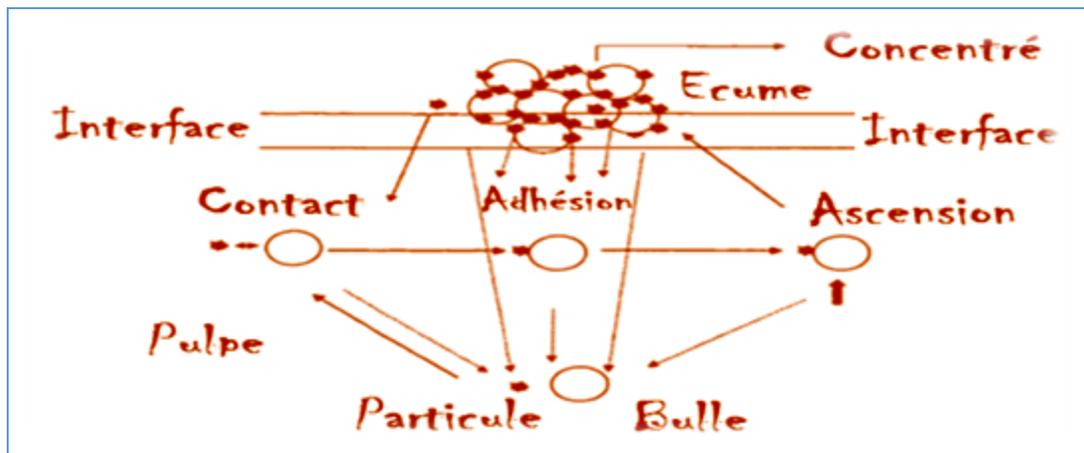


Figure I.3. Mécanismes de flottation. <sup>[06]</sup>

## I.5 Granulométrie des particules

### I.5.1 Flottation des grosses particules

Les particules les plus grosses qui pourront être flottées auront une dimension de l'ordre de 500 µm (pour des solides de densités habituelles par rapport à l'eau comprises entre 3 et 7) à 1.1 mm (pour le charbon), en supposant l'accrochage d'une seule bulle d'air à la surface d'une particule. Il s'agit là d'une dimension maximale pratique pour les particules dans les cellules à agitateur. D'autres types de cellules (pneumatiques) peuvent être utilisés pour flotter des particules plus grossières (ce qui est recherché pour la flottation du charbon, des phosphates, des sels solubles, du graphite, du soufre, etc.)

Les particules ayant une dimension inférieure à 200 µm ne présenteront que peu de difficultés pour la flottation. <sup>[07]</sup>

## I.5.2 Flottation des fines particules

Les fines particules (<10 ou 20µm) posent par conséquent deux problèmes importants en flottation, tout d'abord, de par leur surface spécifique, les fines consomment des quantités importantes de réactifs causant une diminution du rendement des particules intermédiaires et grossières en réduisant la quantité de réactifs disponibles pour ces particules. [06]

Le deuxième problème est associé à la baisse de rendement observée pour les fines; baisse de rendement attribuée à une plus faible probabilité de collision.

## I.6 Réactifs de flottation

La plupart des solides présentent un comportement hydrophile, ce qui revient à dire que leur hydrophobicité naturelle n'est pas très grande et doit être accentuée par l'utilisation de réactifs spécifiques. [03] Ils sont divisés en trois classes : collecteurs, moussants, médiateurs.

### I.6.1 Les collecteurs :

Les collecteurs sont des composés organiques hétéropléides ayant deux parties fonctionnelles, l'une ionique (X) susceptible de s'adsorber à la surface de la particule à collecter et l'autre, constituée par une chaîne ou un radical organique (R) responsable de l'hydrophobicité de la particule (Figure 1.4)

Le collecteur est le réactif dont le choix est décisif puisqu'il s'agit de la substance qui doit s'adsorber sélectivement à la surface des particules qu'on souhaite récupérer, en rendant celles-ci hydrophobes et permettant leur adhésion aux bulles d'air de l'écume.

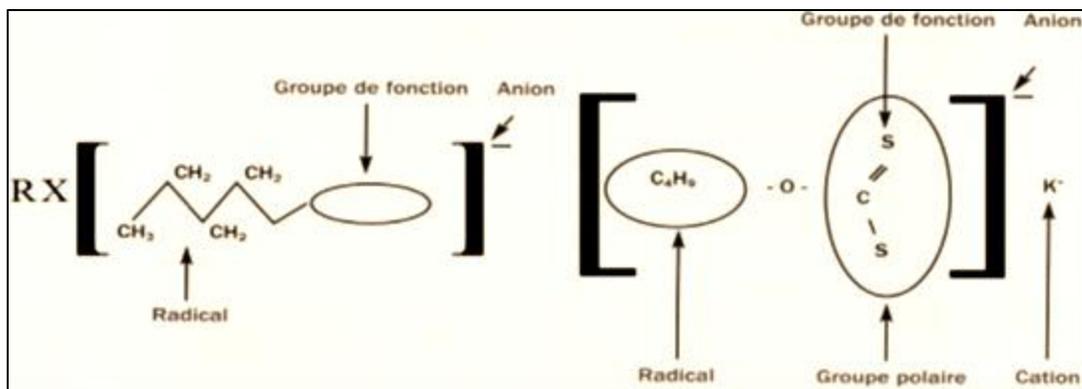


Figure I.4. Structure d'un collecteur de flottation (Ethyle Xanthate de potassium). [03]

Selon que la charge de la tête polaire, après dissociation dans l'eau, est négative ou positive, le collecteur est anionique ou cationique. Le caractère tensioactif est conféré par l'affinité de la chaîne pour la phase gazeuse, et de la tête polaire pour la phase liquide. La molécule tensioactive est donc orientée à l'interface air-eau.

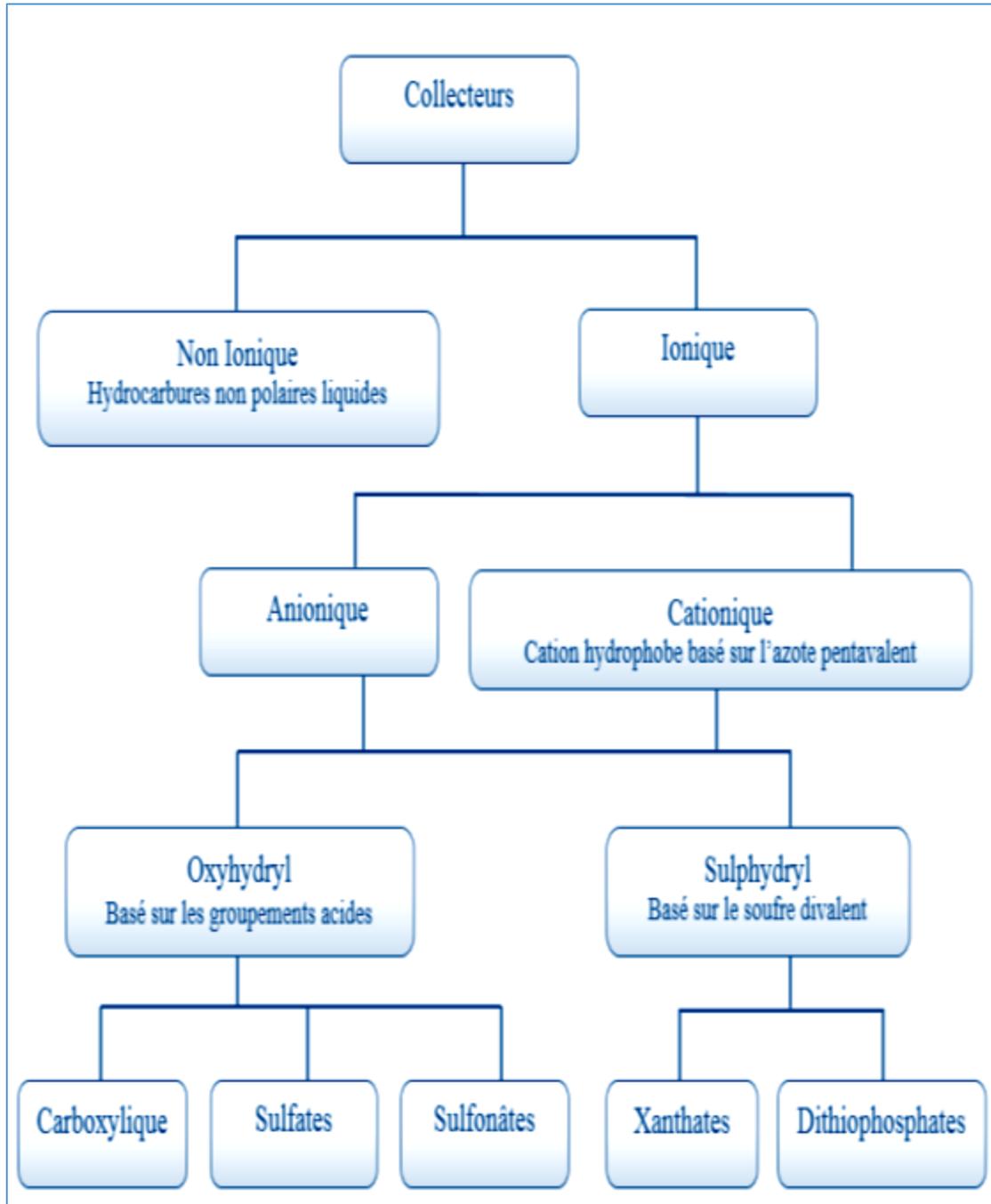


Figure I.5. Principaux collecteurs utilisés dans la flottation. [3]

## I.6.2 Les moussants

Un moussant est un réactif organique hétéropolaire, une extrémité de la molécule est polaire et hydrophile, et l'autre est non polaire et hydrophobe. Cette molécule est tensio-active, de faibles concentrations en solution permettent d'abaisser la tension interfaciale liquide-gaz à une valeur minimale <sup>[08]</sup> pour favoriser la production de bulles d'air fines et d'une écume stable

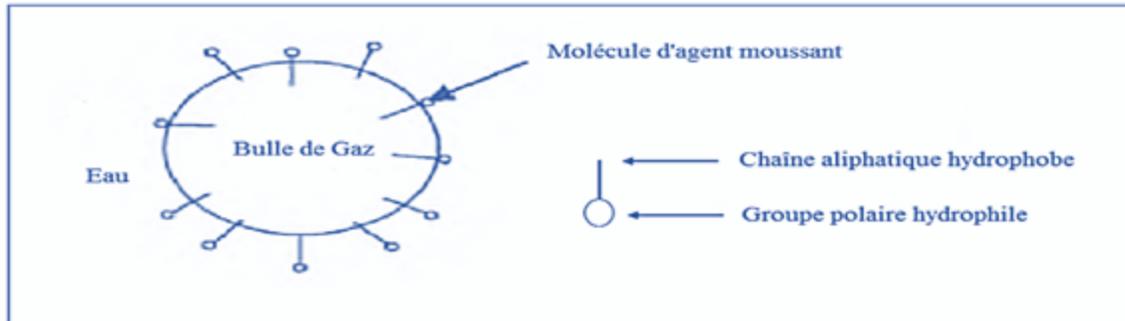


Figure I.6. Interaction eau - bulle de gaz et agent moussant <sup>[09]</sup>

## I.6.3 Les modificateurs :

Ils sont utilisés pour modérer l'action d'un collecteur, soit en intensifiant, soit en réduisant son effet hydrophobe sur la surface minérale, c'est-à-dire en faisant son action plus sélective. Ils se classifient en activants, déprimants et régulateurs de PH. <sup>[09]</sup>

### I.6.3.1 Activants et Déprimants :

Les activants et déprimants sont utilisés pour modifier la réactivité de la surface des particules vis-à-vis du collecteur. Lorsque les collecteurs ne réagissent pas avec la surface des minéraux cibles, la séparation est impossible. Un activant permet de modifier la nature chimique de la surface de ce minéral favorisant l'adsorption du collecteur. Contrairement à l'activant, le déprimant empêche le collecteur de réagir avec la surface d'une particule de gangue qui conserve ainsi son caractère hydrophile. <sup>[06]</sup>

### I.6.3.2 Régulateurs de pH :

Les régulateurs de pH font partie des produits utilisés pour modifier les interactions minéral de collecteur. Selon l'alcalinité de la pulpe de nouveaux composés se forment à la surface des minéraux et réduisent ou activent l'adsorption des collecteurs.

Par exemple, la flottation des sulfures est effectuée en milieu alcalin car la plupart des collecteurs y sont plus stables et en plus de minimise les problèmes de corrosion des équipements. La chaux et le bicarbonate de sodium sont fréquemment utilisés comme régulateurs de pH. [06]

## I.7 L'adsorption des réactifs sur la surface minérale

L'adsorption des agents réactifs à interface liquide-solide peut changer les propriétés de l'interface telles que le mouillage et le hydrophobicité qui sont critiques au processus de flottation. La séparation des minéraux de l'un à l'autre dépend de l'adsorption sélective des agents tensio-actifs sur les particules minérales à flotter. [10]

Une compréhension du mécanisme de l'adsorption est nécessaire pour choisir les réactifs appropriés de flottation, en particulier les collecteurs, pour optimiser les résultats de séparation .

### I.7.1 Principe de l'adsorption

Le principe général de l'adsorption est défini comme suit, une solution renfermant le soluté à adsorber est mise en contact avec une masse connue d'un solide adsorbant. L'adsorption du soluté se traduit par des variations simultanées de sa concentration en solution et de celle à la surface du solide. En clair, soit un volume ( $V$ ) d'une solution contenant un soluté  $i$  à la concentration initiale  $C_i^0$  (mol/L) mise en contact avec une masse  $M_s$  (g) de solide adsorbant, a un temps ( $t$ ), si la concentration en  $i$  de la solution est  $C_i$  (mol/L), alors la quantité de soluté passant de la phase liquide vers la surface du solide, est donnée par la différence : [11]

$$V (C_i^0 - C_i) , [mol] \quad (I.7)$$

La quantité par unité d'adsorbant à l'instant  $t$  est alors :

$$qt = V (C_1^0 - C_1) / M_s , [mol/kg] \quad (I.8)$$

L'aspect énergétique de l'adsorption est en lien avec les propriétés thermodynamiques. En effet l'énergie d'une molécule de soluté varie quand elle s'approche de la surface pour atteindre un minimum à une certaine distance, près d'un site d'adsorption. Ce minimum

est appelé un puits d'énergie potentielle ou plus simplement, un puits de potentiel. L'équation de Gibbs caractérise ce puits d'énergie par :

$$\Delta G_{ads} = \Delta H_{ads} - T\Delta S_{ads} \quad (I.9)$$

C'est l'énergie d'adsorption de Gibbs, qui est composée de deux termes, un terme enthalpique qui exprime les énergies d'interactions entre les molécules et la surface absorbante, et un terme entropique qui exprime la modification et l'organisation des molécules dans la phase liquide et sur la surface. L'importance relative de deux termes dépend du système adsorbat/adsorbant étudié. Le tableau suivant reprends les grands types de situations possibles. <sup>[11]</sup>

Tableau I1. Types de situations en cas d'adsorption <sup>[11]</sup>			
	Espace chimique adsorbée		
	Ions	Molécules non ionisés	
		Molécules polaires	Molécules non polaires
<b>Terme enthalpique</b>	++++ +	+++ , ++	+
<b>Terme entropique</b>	+	++ , +++	++++
<b>Caractère hydrophile</b>	++++ +	+++ , ++	0
<b>Caractère hydrophobe</b>	0	++ , +++	++++

### I.7.3 Les type d'adsorption

On distingue deux types d'adsorption : l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

#### I.7.3.1 L'adsorption physique (physisorption)

L'adsorption est dite physique lorsqu'elle est due à des forces d'interaction physique entre les atomes, ou groupements d'atomes du solide (adsorbant ou substrat) et les molécules de gaz ou de liquide (absorbât) <sup>[12]</sup>, Elle met en jeu des forces faibles ; du

type van der Waals, qui sont des forces intermoléculaires identiques à celles responsables de la condensation des vapeurs ou de la liquéfaction des gaz [13].

### I.7.3.2 L'adsorption chimique (chimisorption)

L'adsorption chimique ou chimisorption implique des liaisons chimiques similaires à celles se produisant lors d'une réaction chimique et consécutive un transfert d'électrons entre l'adsorbat et l'adsorbant [14]. Il y a donc des ruptures et des créations de liaisons chimiques en surface entre le réactif et les sites actifs de l'adsorbant. [15].

## I.8 Machines de flottation

Il existe deux principaux types de machines de flottation selon le mode de génération des bulles et de mise en suspension de la pulpe, les cellules de flottation font partie des équipements mécaniques alors que les colonnes font partie des équipements pneumatiques. [16]

### I.8.1 Les cellules à agitation mécanique

Qui est assurée par un ensemble rotor-stator, sont constituées d'une cuve parallélépipédique ou cylindrique. L'air est introduit dans la cellule par une tuyauterie située sous le rotor. La pulpe est généralement introduite latéralement dans la cellule, parfois directement au niveau de l'agitateur. Les mousses sortent par débordement et le produit non flotté par passage direct dans la cellule suivante.

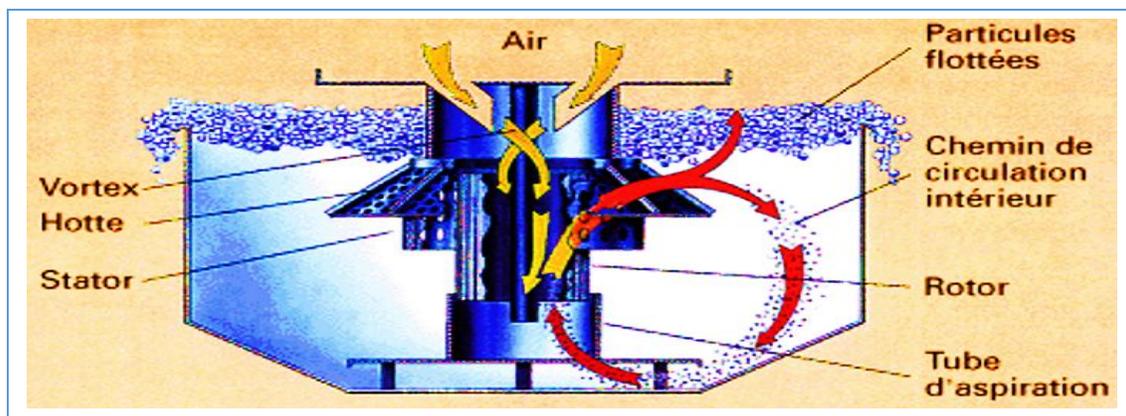


Figure I.7. Cellule de flottation "Wemco 1+1". [16]

## I.8.2 Les cellules pneumatiques

Les cellules pneumatiques comportant généralement pas d'agitation mécanique, l'air est introduit par un diffuseur ou générateur de bulles en fond de cellule. Les particules cheminent de haut en bas, à contre-courant du flux ascensionnel des bulles. Les colonnes de flottation sont rattachées à cette classe de machines. [16]

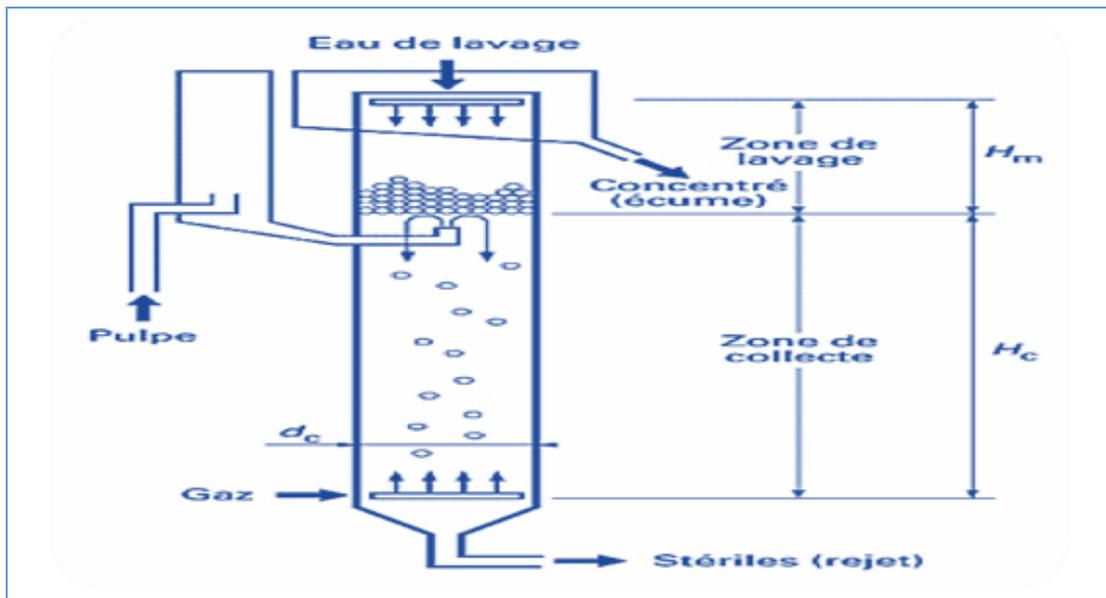


Figure I.8 : Schéma d'une colonne de flottation. [16]

## I.9 Les circuits de flottation

On classe les circuits de flottation en deux groupes, des circuits *simples* et *complexes*.

### I.9.1 Circuits simples

Correspondant à un mode de travail qui nécessite seulement la flottation pour obtenir une séparation [08]. Ils peuvent s'appliquer aussi bien au cas où l'on effectue une flottation à un seul produit (figure I.9), qu'à celui d'une flottation sélective à plusieurs produits. À l'exception des colonnes de flottation et des appareils similaires, l'unité de flottation industrielle est le banc de cellules constitué d'une série de cellules côte-à-côte. La pulpe est alimentée dans la boîte d'alimentation en tête du banc, d'où elle passe à la première cellule. Seulement les particules les plus hydrophobes pourront ici accéder à la

zone d'écume, constituant ainsi le concentré le plus riche du banc. La pulpe non-flottée passe à la cellule suivante où d'autres particules (moins hydrophobes) pourront flotter à leur tour. Le processus est répété dans chaque cellule jusqu'à la dernière, dont les rejets constituent les rejets du banc. La hauteur de la mousse peut être ajustée en haussant le seuil ajustable. Dépendant du type de cellule utilisée, rectangulaire ou cylindrique, les cellules peuvent former un banc continu traditionnel ou simplement une série de cellules interconnectées.

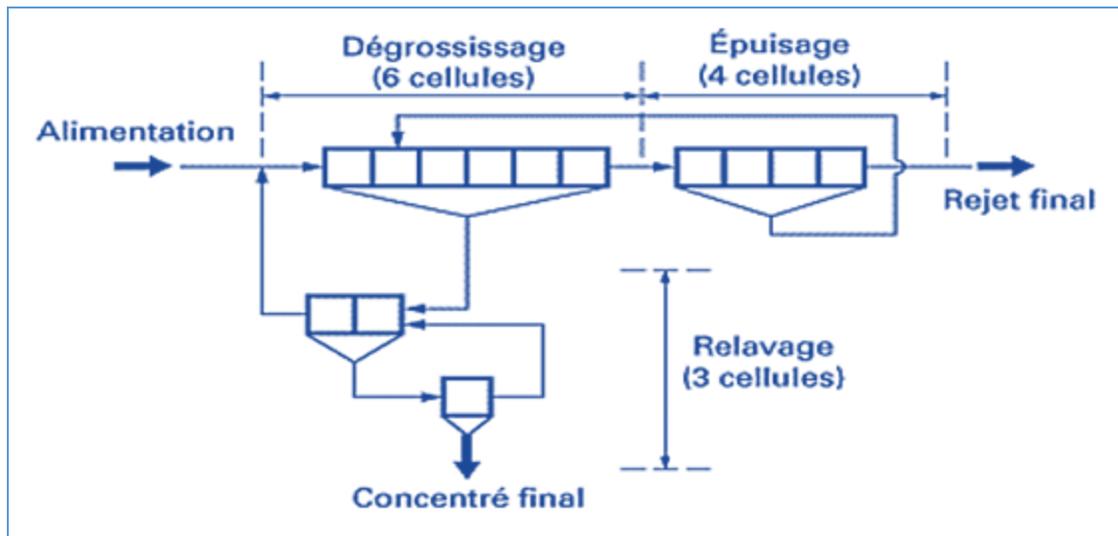


Figure I.9. Exemple de circuit simple de flottation pour un seul produit. [9]

## I.9.2 Circuits complexes

Les circuits complexes mettent en œuvre d'autres opérations unitaires que la flottation, parmi ces opérations, on peut mentionner:

- **Le deschlammage**, qui permet de débarrasser des fines particules de la pulpe. ces particules sont nuisibles à la flottation, car tout en consommant beaucoup de réactifs (surface spécifique élevée), elles peuvent se retrouver par entraînement aux rejets.
- **Le rebroyage**, qui permet de libérer des particules de minéral de la gangue porteuse après que la gangue libre ait été séparée. Le rebroyage permet d'augmenter la récupération sans diminuer la teneur du concentré final et en même

temps réaliser des économies d'énergie, car le broyage primaire peut être moins fin qu'il l'aurait été s'il n'y avait pas eu de rebroyage.

- **Contrôle de dilution** : des *épaississeurs* (bacs de décantation) sont utilisés dans des circuits de flottation pour deux types de raison :  
contrôle de dilution entre deux points d'un même circuit, par exemple entre le concentré de dégrossissage et le relavage, ou avant le rebroyage d'un concentré ou rejet intermédiaire ; un épaississeur a également l'avantage de jouer le rôle de cuve-tampon, permettant de stocker une quantité relativement importante de solide dans les cas où l'alimentation de certains circuits présente des fluctuations considérables par variation du type de solide traité ;
- **Récupération d'eau** : ceci est valable aussi bien pour les concentrés que pour les rejets ; un épaississement entre deux circuits de flottation dans le traitement de matériaux complexes permet de maintenir des eaux de qualité relativement homogène dans chaque circuit, et peut permettre de résoudre des problèmes de compatibilité entre des solutions aqueuses aux caractéristiques très différentes (pH, présence d'ions activateurs, etc.).

### I.10 Variables importantes de la flottation

Le nombre de variables intervenant dans le processus physico-chimique ainsi que dans la réalisation pratique de la flottation est grand et il existe de nombreuses interactions entre elles. On peut répartir les paramètres de la flottation en trois catégories : <sup>[11]</sup>

- Les paramètres chimiques ;
- Les paramètres liés à l'appareillage ;
- Les paramètres liés à la préparation de la pulpe.

Les paramètres chimiques comprennent la nature et la dose des réactifs collecteurs, moussants et modifiants. Les paramètres liés à l'appareillage sont évidemment relatifs au type d'appareil utilisé, à la vitesse du rotor de l'appareil (pour les machines de flottation mécaniques) et le débit d'air. Quant aux paramètres liés à la préparation de la pulpe, ils comprennent la nature du minéral, la dimension des particules, la densité de la pulpe, la température, etc. Le schéma repris dans la Figure I.11, l'indique bien.

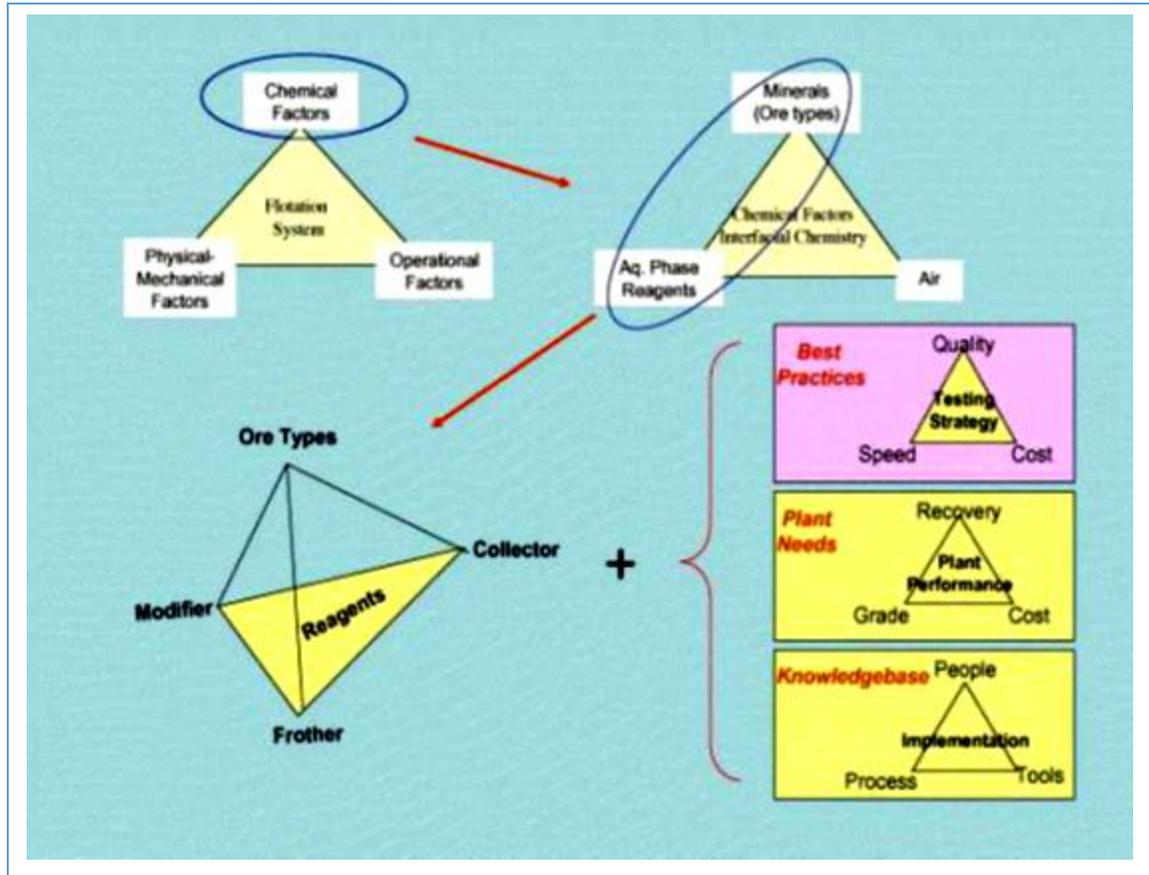


Figure I.11. Approche holistique de la flottation. [11]

## I.11 Critères d'évaluation des résultats de flottation

Les principaux critères d'évaluation de la performance d'une opération de flottation sont : le rendement de récupération du métal utile, le rendement pondéral du concentré, le taux de concentration de métal utile. [11]

### I.11.1 Rendement de récupération du métal

Le rendement métal ou récupération est le rapport exprimé en 100% du poids de métal contenu dans le concentré au poids de métal contenus dans l'alimentation. [24]

$$\eta = \frac{Cc}{Aa} \times 100 \quad \text{ou} \quad \frac{c(a-r)}{a(c-r)} \times 100 \quad (I.10)$$

Avec  $a$  : Teneur du métal dans l'alimentation ;

$c$  : Teneur du métal dans le concentré ;

$r$  : Teneur du métal dans le rejet ;

$A$  : Masse du minerai à flotter ;

$C$  : Masse du concentré.

Comme le poids de l'alimentation et des produits sortants est connu avec peu de précision, on recourt à une évaluation du rendement métal à partir des teneurs de l'alimentation, des stériles et de concentrés. [24]

### **I.12.2 Rendement pondéral du concentré**

Par définition le rendement pondéral du concentré est le rapport exprimé en 100% de poids du concentré au poids de l'alimentation [24]. Pour une bonne opération de flottation, doit être le plus bas possible [11]. Ce rendement est donné par la relation suivante :

$$\pi = \frac{C}{A} \times 100 \quad \text{ou} \quad \frac{(a-r)}{c-r} \times 100 \quad (\text{I.11})$$

Avec  $\pi$ : rendement pondéral du concentré.

### **I.12.3 Taux de concentration**

C'est le rapport de la teneur du métal dans le concentré ( $c$ ) sur la teneur du métal dans l'alimentation ( $a$ ). La flottation est d'autant meilleure lorsqu'au bout du compte, on obtient un concentré dont le taux de concentration de l'élément utile est plus élevé. Le taux de concentration est donné par l'expression : [11]

$$tc = \frac{c}{a} \quad (\text{I.12})$$

Avec  $tc$  : taux de concentration

Pour un même rendement de récupération de métal et pour des coûts de même ordre, le choix entre deux opérations de flottation penchera sur l'opération ayant un taux de concentration plus élevé. [11]

## Chapitre II. Recherches bibliographiques sur la flottation de plomb et baryte

### Introduction

Il est souvent de trouver le minerai de barytine associé avec le plomb ou la meilleure méthode d'enrichissement est la flottation.

L'objectif de ce chapitre est faire savoir les différentes techniques de flottation de baryte et de plomb plus les types des réactifs utilisés.

### II.1 La baryte

La barytine est une matière première importante dans l'industrie. Le traitement de ce minerai est assuré par séparation gravimétrique ou par flottation.

De nos jours, un certain nombre de producteurs de barytine emploient la flottation pour récupérer la barytine des stériles ou des minerais complexes.

#### II.1.1 Caractéristiques physico-chimiques de la barytine :

La barytine est le minerai de sulfate de Baryum ( $BaSO_4$ ) cristallisant en système orthorhombique et de facies souvent tabulaires, prismatiques ou granulaires.

La baryte a une dureté 3 à 3,5 selon l'échelle de Mohs, une densité de 4.48. Elle est de couleur claire. Pure, elle est incolore ou blanche, mais on la trouve le plus souvent colorée. La baryte n'est pas ou très peu fluorescente et luminescente en la chauffant. <sup>[17]</sup>



Figure II.1 : barytine pure  $BaSO_4$ . <sup>[17]</sup>

#### II.1.2 Technique de la flottation de la baryte :

La flottation de la baryte peut être directe ou inverse : <sup>[18]</sup>

- Directe : est exécutée pour les minerais qui contiennent la fluorine, les silicates, et les oxydes de terre rare (REO)
- Inverse : est exécutée lorsque la barytine présente dans des minerais sulfurés en laissant la barytine concentrée dans les résidus, qui va être récupérée en utilisant la flottation.

### II.1.3 Etudes effectuée sur la flottation de la baryte :

Une grande partie des recherches de développement a été exécutée sur la flottation de barytine.

Le choix de types des réactifs utilisés durant l'opération de flottation de la baryte dépend de la composition minéralogique de minerais :

- Pour les minerais qui contiennent la silice comme gangue on peut utiliser les réactifs suivants : [19]
  - Le collecteur : l'acide oléique ;
  - Modificateur de pH : la chao ;
  - Le déprimant : verre liquide.

Le milieu doit être alcalin pour avoir la flottation, le schéma 2 montre l'efficacité de pH sur la flottation de barytine en utilisant l'acide oléique.

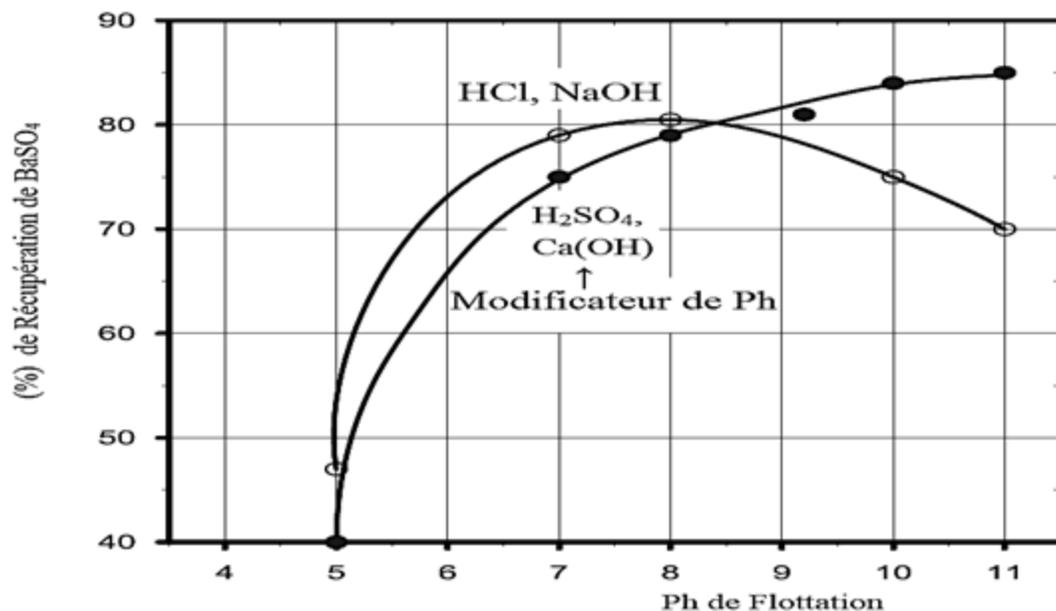


Figure II.2 : Effet de Ph sur la flottation de barytine. [19]

Le tableau II donne le taux de récupération de baryte en fonction de la quantité de l'acide oléique avec les conditions suivant :

Silicate de sodium (2kg/t) ; pH (9.20) ; densité de la pulpe (1.23)  
 Temps de flottation (540 s) ; temps de conditionnement (180 s)

Quantité (kg/t)	Taux de récupération de BaSO <sub>4</sub> (%)
0.20	54.7
0.40	76.5
0.60	86.2
0.80	88.7

▪ **Pour les minerais sulfurés qui contient la baryte**

On flotte en avant les sulfures puis on récupère la baryte existante dans les résidus de sulfure par une autre flottation.

Une série de différents collecteurs a été examinée <sup>[19]</sup> pour la flottation des résidus de sulfure qui contient environ 40 % de barytine, ils ont utilisé comme

- **Déprimant** : Le silicate de sodium ;
- **Activant** : Le chlorure de baryum ;
- **Modificateur** de pH : Carbonate de sodium.

Type de Réactif	Addition de Collecteur (g/t)	Concentré De Barytine	
		(%) Teneur BaSO <sub>4</sub>	(%) Récupération de BaSO <sub>4</sub>
Sulfate d'alcool gras de sodium	700	88,5	79,3
Sulfate d'alcool gras de suif de sodium	700	90,1	85,5
Sulfosuccinamate alkylique de sodium de noix de coco	700	94,3	90,2
Sulfo succin maté alkylique de sodium	700	95,5	93,3
Sulfate d'éther d'alcool gras de sodium	700	89,3	80,5
Sulfonâtes de pétrole (Cytec R825)	700	91,5	89,6

Sulfonâtes de pétrole (Cytec R801)	700	93,1	91,0
Succin mate alkylique (Cytec R845)	700	95,5	94,4
Collecteur SR82	<b>500</b>	<b>98,6</b>	<b>98,4</b>

Les meilleurs résultats sont obtenus avec les réactifs suivants : Les collecteurs ; de succinmate ou le nouveau mélange **SR82**

- **Pour les minerais qui contiennent la calcite comme gangue :**
  - **Collecteurs** : R801, R825, R845
  - **Déprimants** : Chlorite d'aluminium ( $AlCl_3$ ), Acide de Tanin, le québracho
  - **La cendre de soude** : pour maintenir le pH entre 8-10
- **Pour les minerais qui contiennent la fluorine comme gangue :**<sup>[19]</sup>
  - **Collecteurs** : R801, R825, R845 ;
  - **Déprimant** : l'acide citrique (R801, R825),  $BaCl_3$  (R845) ;
  - **Activants**:  $BaCl_2$  and  $Pb(NO_3)_2$  avec (R845).

L'effet de l'acide citrique sur la flottation de barytine et de fluorine est illustré sur le Figure II.3. En utilisant le mélange R801; R825 comme collecteur

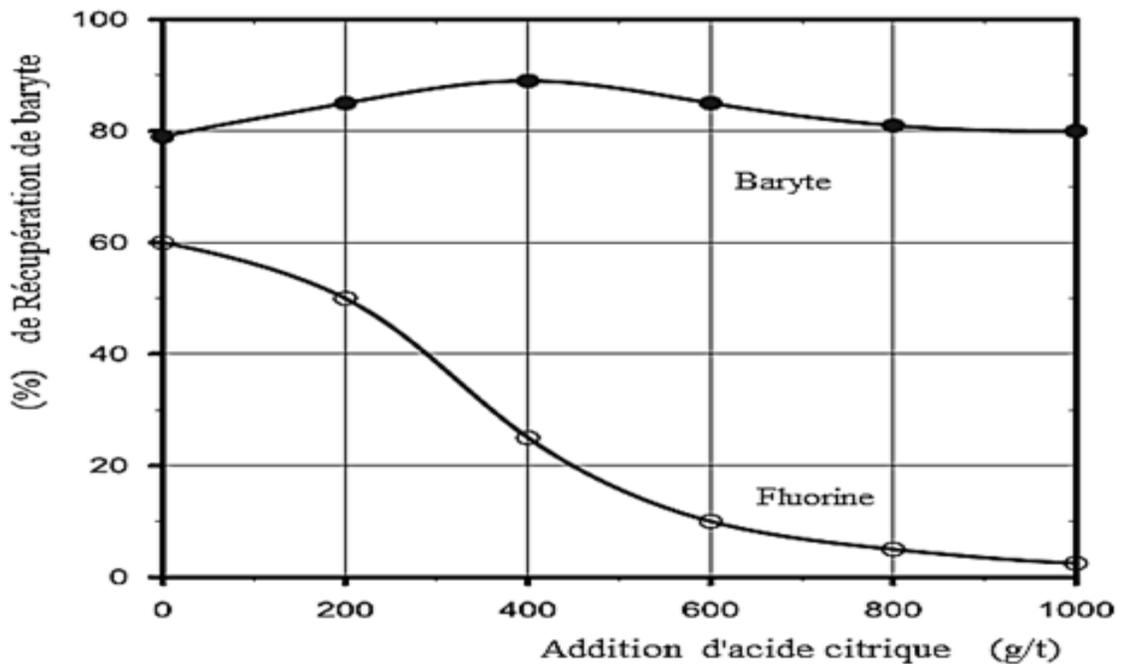


Figure II.3 : Effet de l'acide citrique sur la séparation de la barytine fluorine. <sup>[19]</sup>

- Pour les minerais qui contiennent le silicate comme gangue <sup>[19]</sup>
  - Collecteurs : R801, R825, R845 ;
  - Déprimant : silicate de sodium.

L'effet du silicate de sodium sur la flottation de barytine à l'aide de différents collecteurs est illustré sur la figure II.4

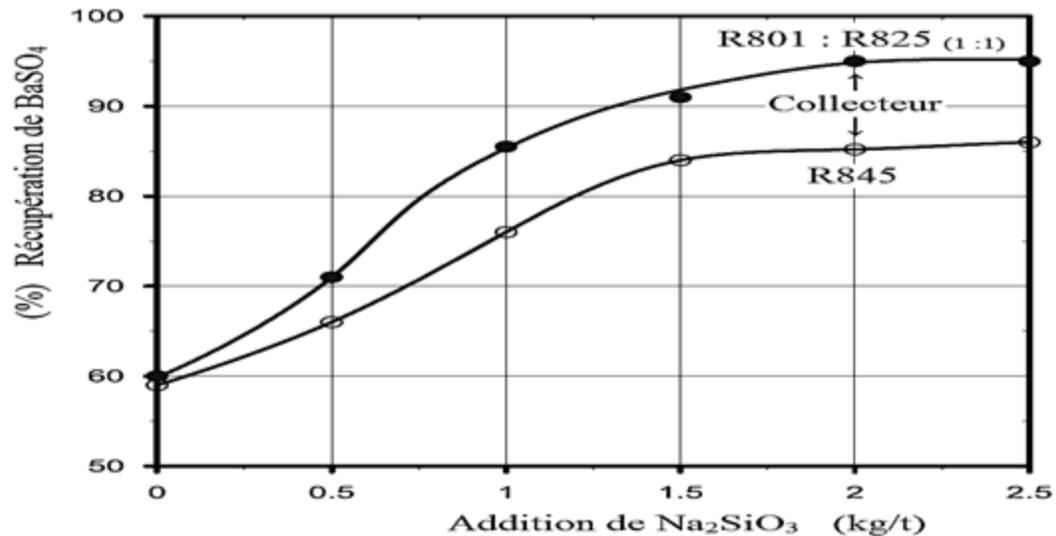


Figure II.4. L'effet du silicate de sodium sur la flottation de barytine à l'aide de différents collecteurs (R801 : R825). <sup>[19]</sup>

#### II.1.4 Exemple industriels sur la flottation de la baryte

Le minerai de barytine est enrichi par flottation comme illustré dans le tableau suivant qui regroupe les réactifs chimiques utilisés dans les circuits de flottation des mines de Cadillac (Marcoux, 2004), des Fargues (Moriot, 1978), Font santé (Méchouis, 1985) et Oulette (Poncho, 1985). <sup>[20]</sup>

**Tableau II.2.** Principaux mines au monde qui enrichissent la baryte par flottation. <sup>[20]</sup>

	Mines	Collecteurs	Modificateurs	Moussants
<b>Barytine BaSO<sub>4</sub></b>	Chaillac	Sulfonât	Silicate de Sodium	Non précisé
			Acide Citrique	
	Le Farges	Alkyl Sulfate	Silicate de Sodium	-
			Carbonate de Sodium	
Fontsante	(acide oléique)	Soude caustique	-	
		Amidon de maïs		

## II.2 Le galène

C'est un métal *non ferreux, lourd, tendre*, ayant une masse atomique de 207,2 g, sa *densité* est égale à 11940 kg/m, la température de *fusion* est de 327,4 C.

Le plomb et ses alliages trouvent une grande utilisation dans la production des accumulateurs, des enveloppes de câbles, des appareils anticorrosifs et résistants aux milieux agressifs. On l'utilise dans les appareils de conservation des substances radioactives pour son absorption des rayons Gamma. [21]

### II.2.1 Propriétés du métal

Point de fusion .....327,4 C°.

Point d'ébullition.....1740 C°.

Densité.....11,34 à 20 C° ; 10,302 600 C°.

Capacité thermique massique.....0,128 J.g<sup>-1</sup>. K<sup>-1</sup> à 20 C°.

Conductivité thermique.....34,74 W.m<sup>-1</sup>. K<sup>-1</sup> à 20 C°.

Résistivité.....20,65 μΩ.cm à 20 C°.

La présence d'impuretés telles qu'As, Sb, Cu augmente sa dureté. Il a une bonne résistance à la corrosion atmosphérique et à l'attaque par de nombreux acides. [22]

### II.2.2 Principaux minerais de plomb

Les minerais de plomb existent principalement sous forme de sulfures ou encore, comme c'est plus souvent sous forme de minerais complexes ou le plomb est associé à du zinc à de faibles quantités d'argent et de cuivre. [21]

Tableau II.3. Principaux minerais de plomb. [21]

Minerai	Formule chimique	Masse volumique en kg/m <sup>3</sup>
Galène	PbS	7400-7600
Cérosite	PbCO <sub>3</sub>	6400-6600
Anglésite	PbSO <sub>4</sub>	6100-6400
Voulphénite	PbMgO <sub>4</sub>	6300-7000

### II.3 Concentration des minerais

Les minerais tout-venant extraits de la mine ont une teneur en plomb variant entre 1 et 12 % environ. Ils doivent être enrichis de façon à éliminer la gangue stérile et à obtenir des concentrés enrichis le plus possible en minéraux porteurs de plomb.

Le minerai tout-venant est tout d'abord concassé et broyé afin de libérer les minéraux de valeur des minéraux de la gangue. Le traitement ultérieur dépend de la dimension à laquelle il faut réduire les particules de minerai afin d'obtenir cette libération :

- Lorsque cette dimension est assez grossière, on utilise la différence de densité existant entre les minéraux porteurs de plomb et les minéraux de la gangue, séparation gravimétrique
- Quand les minéraux sont plus fins ( $< 200 \mu\text{m}$ ), ce qui est le cas le plus général, on a recours à la flottation, [22]

### II.4 La flottation de la galène

La séparation de la galène (sulfure de plomb) de minerais sulfure complexes pouvant contenir la chalcoppyrite  $\text{CuFeS}_2$ , la pyrite  $\text{FeS}_2$ , la blende  $\text{ZnS}$ , s'effectue traditionnellement par flottation. La galène répond bien à la flottation avec des collecteurs de thiol sur un éventail de pH. Comme représenté sur la figure 5, la flottation complète est obtenue avec une concentration relativement petite d'Éthyle xanthate environ de pH 3 à 10,5. [10]

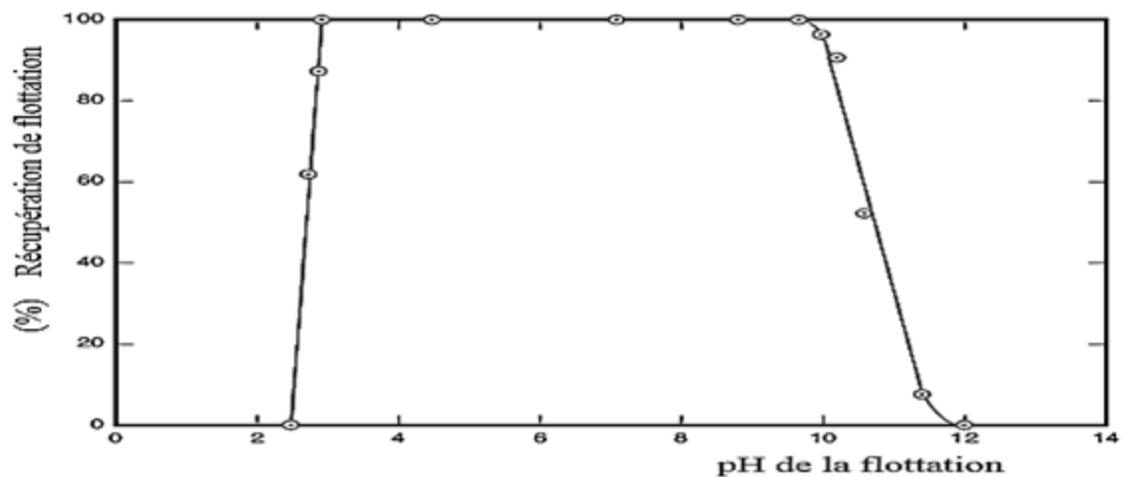


Figure II.5 : La récupération de galène en fonction de pH avec  $10^{-5}$  M d'éthyle xanthate. [10]

## II.5 études de la flottation de galène en ALGERIE (gisement plombo-zincifère d'Amizour)

Des essais de flottation ont été réalisés pour le minerai plombo-zincifère de gisement d'Amizour, wilaya de BEJAIA. Ils ont arrivé à optimiser les paramètres donnés dans le tableau II.4: [23]

- Le temps d'agitation : 15 mn
- Le temps de flottation : 20 mn

**Tableau II.4.** Principaux réactifs de la flottation de galène. [23]

<b>Réactif</b>	<b>Soude (NaOH)</b>	<b>Chaux (CaO<sub>3</sub>)</b>	<b>Sulfate de zinc</b>	<b>Ethyle Xanthate</b>	<b>Huile de pin</b>
<b>Rôle</b>	Régulateur de ph	Déprimant de la pyrite	Déprimant de Zinc	Collecteur	Moussant
<b>Equivalence</b>	amené pH = 9	4000 g/t	600 g/t	200 g/t	80 g/t

## Chapitre III. Méthodologie & matériels utilisés

### Introduction

L'objectif de ce chapitre est de faire présenter la méthodologie de travail effectuée, le matériel utilisé, ainsi que les différentes techniques d'analyses qui ont été faites pour déterminer la composition minéralogique et chimiques du minerai sur lequel nous avons travaillé.

### III.1 Matériels utilisés

- **Concasseur :** le concasseur utilisé est à mâchoires de marque *Fritsch Pulverisette*, modèle « 01.302 N<sup>o</sup> 1097 » au niveau de laboratoire pédagogique Mines et Géologie (LPMG) de l'université de Bejaïa (photo 1).
- **Broyeur :** nous avons effectué les opérations de broyage par deux types de broyeurs de même marque *Fritsch* : un broyeur planétaire (photos 2), modèle « *planetary mill pulverisette* » au niveau de LPMG et un broyeur à disque de Modèle « *Fritsch Pulverisette VibratingCup Mill* » au niveau de laboratoire de technologie et de matériaux génie des procédés (LTMGP) d'université de Bejaïa (photos3).
- **Tamiseuse :** les opérations de tamisage ont été faites au niveau de laboratoire Mécanique des Sols « MDS » du département Génie Civil d'université de Bejaïa, par une tamiseuse de marque *Controls Automatic Sieve Shaker D407*, Modèle « 15-00407/B » équipée d'une série de tamis AFNOR de différentes dimensions (photo 4).
- **Plaques chauffante :** le chauffage et l'agitation des solutions ont été réalisés sur des plaques chauffantes à agitation magnétique de marque *Velp Seientifica*, modèle « F20520162 » Au niveau de LTMGP et Laboratoire Pédagogique de Pédologie de la faculté des Sciences de la Nature et de la Vie FSNV d'université de Bejaïa (photo 5).
- **Cellule de flottation :** l'opération de flottation a été réalisée par une cellule de flottation de marque *METSO* au niveau de LTMGP université de Bejaïa (photo 6).
- **Four :** le séchage des échantillons a été effectué à l'aide des fours muni d'un système de contrôle de température de marque *Memmert* au niveau LPMG et LMDS d'université de Bejaïa (photo 7).

- **Balance** : les opérations de peser des poids a été faites au niveau de LTMGP de université de Bejaïa à l'aide d'un balance de marque *Scout™ Pro DHAUS*, modèle « *SPU 402* » (photo 8)
- **Balance de précision** : les opérations de peser les poids plus petites ont été effectué par une balance de précision de marque *ScalTEC*, modèle « *SBC32*» au niveau de LTMGP d'université de Bejaïa (photo 9).
- **Appareil de DRX** : les analyses des échantillons ont été faites au niveau de LPGP de l'université de Bejaïa, l'appareil utilisé est de marque *Oppert Pro Panalytical* // *MPd Detecteur RTMS*, modèle *Spener Radiation Cuivre* (photo 10).
- **Appareil d'infrarouge** : est de marque *IRAffinity-1 Shimadzu* (fourier transform infrared spectrophotometer), modèle N° 932/BF au niveau de Laboratoire Pédagogique N°12 d'université de Bejaïa (Photo11).
- **Appareil d'adsorption atomique par spectrophotométrie** : est de marque *Aurore Instruments AA-6501F*, modèle Trace 1200 au niveau de Laboratoire Pédagogique N°12 d'université de Bejaïa (Photo12).
- **Minéralisateur** : le minéralisateur utilisé pour la mise en solution est de marque *Gerhardt* modèle *Kjeldatherm* au niveau de laboratoire pédologie faculté SNV, université de Bejaïa (Photo13).



Chapitre III. Méthodologie & matériels utilisés



Figure III.1 Le matériel utilisé.

## III.2 Caractérisation de minerai

Le minerai étudié provient de l'ancienne mine d'Ichmoul (W. Batna). Il nous a été fourni par notre promoteur. Nous avons reçu 20 kg de minerai concassé à 2 cm ainsi des échantillons de baryte et de galène séparés.

### III.2.1 Caractérisation granulométrique

Le principe de cette manipulation consiste à prendre une quantité de 2 kg de minerai après avoir concassé et de la verser dans une série de tamis classe dans l'ordre décroissant des ouvertures comme suit (>4.0, 2.50, 2.0, 1.6, 1.0, 0.71, 0.50, 0.35, 0.25, 0.125, 0.10, 0.063, 0.04) le temps nécessaire de tamisage est 20 min. [25]

La pesée des refus des tamis nous permet de tracer la courbe granulométrique et d'en déduire les différents coefficients :

- Rendement pondérale " **P %** ".
- Rendement cumulé des refus " **R %** ".
- Rendement cumulé de tamisât " **T %** ".

On détermine aussi D10, D30, D50, D60 qui représente respectivement les diamètres des éléments correspondant à 10%, 30%, 50% et 60% de tamisât.

Ses éléments nous permettent d'identifier notre minerai en calculant le coefficient d'uniformité ( $Cu$ ) et le coécrivain de courbure ( $Cc$ ).

#### III.2.1.1 Le coefficient d'uniformité ( $Cu$ )

Coefficient d'uniformité (coefficient de *HAZEN*) permet de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée (Uniforme). Ce coefficient est défini par la relation suivante :

$$Cu = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad (III.1)$$

$Cu$  : Le coefficient de *HAZEN* ; D'après *CAQUOT* et *KERISEL*

- $Cu < 2$  : La granulométrie est serrée (uniforme) ;
- $Cu > 2$  : La granulométrie est étalée ;

### III.2.1.2 Le coefficient de courbure ( $Cc$ )

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de *HAZEN* dans la classification des matériaux. Afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée (un matériau est mal gradué si une fraction des grains prédomine). Le coefficient de courbure est donné par l'équation suivante :

$$Cc = \frac{(D_{30})^2}{D_{10} \times D_{60}} \quad (III.2)$$

- $1 < Cc < 3$  : La granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie) ;
- $Cc < 1$  et  $Cc > 3$  : La granulométrie est mal graduée (continuité mal répartie) ;

### III.2.2 Caractérisation minéralogique

Nous avons déterminé la composition minéralogique de notre minerai par diffraction des rayons X.

#### III.2.2.1 Caractérisation par (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse minéralogique des matériaux cristallisés. Elle s'applique sur des poudres ou des échantillons massifs, elle sert à la détermination de la nature des phases minérales et à leurs semi-quantifications. Actuellement la diffraction des rayons x intervient dans la quasi-totalité des thématiques et constitue un complément indispensable aux observations optiques, microscopiques ou spectroscopiques. La condition de la réflexion est donnée par l'équation de **Bragg** :

$$n\lambda = 2d \times \sin\theta \quad (III.3)$$

Avec,  $n$ : ordre de la diffraction (entier) ;

$\lambda$ : La longueur d'onde des rayons x ;

$d$ : La distance inter réticulaire entre deux plans diffractants d'un cristal ;

$\theta$  : L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant, il dépend que du réseau du cristal.

### III.2.2.2 Principe de l'analyse DRX

La méthode générale consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique ( $0,1 \text{ \AA} < \lambda < 10 \text{ \AA}$ ) de longueur d'onde  $1,54051 \text{ \AA}$ , produit par une anticathode de cuivre, à mesurer l'angle par rapport au rayonnement incident des rayons X diffractés et l'intensité des rayonnements X diffractés au moyen d'un compteur à scintillation. Celui-ci tourne autour du même axe que l'échantillon mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence  $\Theta$ , l'angle mesure par le déplacement du compteur sera donc de  $2\Theta$ .

Le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel « XPert plus » basé sur les fiches d'une base de données faisant correspondre les distances inter réticulaires  $d$  aux angles  $2\Theta$  enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. [25]

### III.2.3 Caractérisation chimique

La caractérisation chimique de notre minerai a été faite par FX et SAA.

#### III.2.3.1 Caractérisation par spectrométrie à fluorescence X

C'est une méthode non destructive, qui exploite la fluorescence des éléments dans le domaine des rayons X, pour obtenir les renseignements quantitatifs sur la composition de l'échantillon.

##### III.2.3.1.1 Principe d'analyse par spectrométrie à fluorescence X

La spectroscopie de fluorescence X est une émission de rayons X, elle caractérise les éléments atomiques qui composent l'échantillon. L'énergie des photons X est de l'ordre grandeur de l'énergie d'ionisation des électrons de cœur. Lorsqu'un photon X rencontre un atome, il a donc une probabilité d'éjecter un électron de cœur par effet photoélectrique, l'atome est alors dans un état excité. La désexcitation se fait par une transition électronique : un électron d'un niveau plus élevé descend pour occuper la case quantique vide (place laissée vacante par l'électron éjecté). Cette transition électronique provoque l'émission d'un photon X. EN analysant le spectre de rayons X émis par la matière, on peut en déduire la composition élémentaire de l'échantillon (concentration

massiques) et à partir d'étalonnage, il est possible de déterminer l'épaisseur de revêtements. La technique d'analyse comprend deux parties :

- a. Une source d'excitation : provoque l'émission d'un spectre de rayons X caractéristique de la composition de l'objet.
- b. Un détecteur est un analyseur de rayonnement : identifie les raies composant le spectre. [26]

FX a été réalisée au niveau de laboratoire de chimie du centre d'étude et des services technologiques de l'industrie des matériaux de construction (CETIM) de Boumerdes à l'aide d'un appareil de type PHILIPS ANALYTICAL

### III.2.3.2 Caractérisation par SAA

#### III.2.3.2.1 Mise en solution du minerai Plomb

L'échantillon du minerai étant préparé réduit et finement broyé, doit être mis en solution pour être analysé. La dissolution complète du minerai ne se réalise pas facilement tenant compte des facteurs qui l'influencent tel que (degré de broyage, volume des réactifs, etc.).

**Attaque acide** selon les tests de solubilité le solvant adéquat pour la dissolution de notre minerai est l'eau régale avec chauffage. [27]

#### III.2.3.2.2 Procédure mise en solution du minerai Pb

Dans un tube d'essai on met 1g de l'échantillon puis on ajoute 15 ml d'HCl suivi de 5 ml d'HNO<sub>3</sub>.

On chauffe sur un minéralisateur dans une température de 150 °C, jusqu'à évaporation presque à sec.

- On reprend l'attaque avec les mêmes quantités d'acides et dans la même proportion, toujours jusqu'à évaporation presque complète.
- On laisse refroidir, on ajoute 30 ml d'acide chlorhydrique concentré et on récupère le tout avec de l'eau distillée dans une fiole jaugée de 100 ml.

La solution renfermée dans cette fiole représente l'échantillon dissout prêt pour l'analyse en SAA.

### III.2.3.3 Analyse par infra-rouge

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse exploitée surtout dans l'identification des groupements fonctionnels présents dans une molécule organique. Un spectre IR se divise approximativement en deux parties:

- Région comprise entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $1800\text{ cm}^{-1}$  facile à interpréter, cette région représente le domaine des vibrations de valences caractéristiques des fonctions principales.
- Région située entre  $1500\text{ cm}^{-1}$  et  $600\text{ cm}^{-1}$  complexe appelée zone d'empreinte digitale, utilisée le plus souvent pour des comparaisons des spectres des produits avec des témoins.

L'intérêt principal d'une étude d'une molécule organique par IR est :

- **L'analyse qualitative** : Les spectres infrarouges peuvent identifier des substances pures, ou détecter et identifier des impuretés, le spectre d'absorption IR d'un composé pur consiste en une sorte d'empreinte digitale de ce corps ainsi pour identifier une substance pure, il suffit d'établir son spectre IR et de le comparer à ceux des divers composés possibles.
- **L'analyse quantitative** : la méthode la plus utilisée pour l'analyse de concentration de la substance à analyser ou à étudier quantitative, est celle de *Béer Lambert*.

$$\log \frac{I_0}{I} = \xi \times C \times L \quad (\text{III.4})$$

Avec :

- $\frac{I_0}{I}$  : L'absorbance ;
- $L$  : L'épaisseur de la cellule à échantillon (cm) ;
- $\xi$  : Coefficient d'extinction ( $\frac{L}{\text{mol} \cdot \text{cm}}$ )

#### III.2.3.3.1 Le principe fonctionnel d'analyse par infra-rouge

Une source de lumière IR émet un rayonnement qui est affaibli en fonction des fréquences qui traverse l'échantillon. Le rayonnement résultant est enregistré et transformé électroniquement en un spectre.

Le détecteur a la charge de saisir le rayonnement sortant et de transformer les signaux optiques en signaux électriques. Le plus utilisé est le détecteur dit DTGS (sulfate de tri glycine deutérium).

### III. 3 Description des protocoles des essais effectués

#### III.3.1 Étude de la consommation des collecteurs de la flottation

Avant de procéder à l'opération de flottation sur notre minerai on a fait des tests de consommation des collecteurs sur une surface de barytite ( $BaSO_4$ ) pure et de galène (PbS) pure afin de déterminer le dosage moyenne des collecteurs.

Les grains purs de galène et barytine sont soumis à un traitement mécanique qui consiste en des opérations d'homogénéisation, de concassage, broyage et tamisage jusqu'à l'obtention d'une granulométrie inférieur à 63  $\mu m$  pour la baryte et inférieur à 80  $\mu m$  pour la galène.

##### III.3.1.1 Etude de la consommation de l'acide oléique par la barytine

L'opération a été réalisé avec le collecteur *l'acide oléique* consiste a fixé le rapport *solide / liquide* à 0.4 dans un bicher (16 g de baryte + 40 ml d'eau distillé) et on a varié le dosage de collecteur utilisé, l'agitation de mélange a été faite sur une plaque chauffante à l'aide d'un barreau-magnétique, la vitesse et le temps d'agitation ont été aussi fixés. Le tableau III.1 ci-dessous résume l'opération de dosage.

Ech	Dosage (g/t)	Vitesse d'agitation (t/s)	Temps d'agitation (min)
01	500	8	5
02	1000	8	5
03	1500	8	5

##### III.3.1.2 Etude de la consommation d'éthyle xanthate par la galène

L'opération a été effectuée par le collecteur éthyle xanthate, nous avons suivi la même procédure de dosage de celle de barytine (rapport S/L, vitesse et temps d'agitation). Le tableau III.3 résume les paramètres nécessaires d'agitation.

**Tableau III.2.** Dosage d'éthyle xanthate.

<b>Ech</b>	<b>Dosage (g/t)</b>	<b>Vitesse d'agitation (t/s)</b>	<b>Temps d'agitation (min)</b>
<b>01</b>	100	8	5
<b>02</b>	200	8	5
<b>03</b>	300	8	5

Les échantillons étudiés sont analysés par la méthode d'analyse IR.

### **III.3.2 Essais d'enrichissement de minerai par la technique de flottation**

Nous avons réalisé 05 essais de flottation de minerai, au niveau de laboratoire LTMGP à l'aide d'une cellule de flottation de type Metso, figure III.1 (Photo 06) au-dessus

#### **III.3.2.1 Fonctionnement de la cellule**

La cellule comporte un agitateur entraîné par un moteur électrique. L'agitateur est plongé dans un bac. La taille de l'agitateur est variable et est choisie selon l'application. L'air est injecté à la base de l'agitateur par aspiration à travers l'axe de l'agitateur.

#### **III.3.2.2 Le déroulement de la flottation**

L'objectif de notre étude de flottation était la récupération de plomb sulfuré et la baryte. Pour cet objectif, nous avons subdivisé le protocole en deux parties, dans la première consiste à flotter la galène en deux étages et la deuxième pour la flottation de baryte en deux étages. Le schéma ci-dessous explique clairement le plan de flottation suivi.

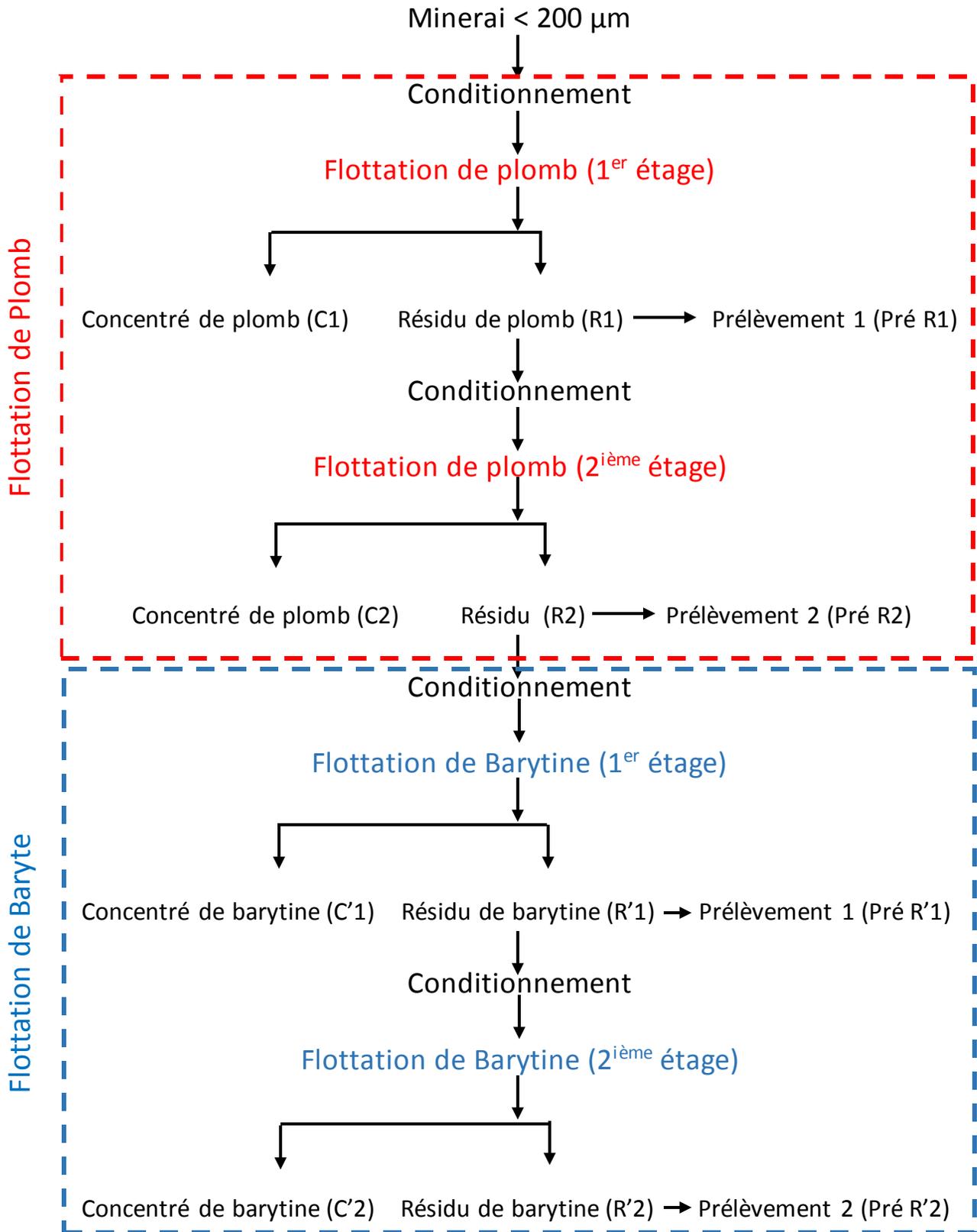


Figure III.2. Schéma de déroulement des essais de flottation.

**a. Caractéristique de la pulpe**

On a travaillé avec une pulpe épais 28 % en solide (300 g de minerai + 700 g d'eau) dont la granulométrie de l'alimentation < à 200 µm. D'après notre recherche bibliographique, le pH a été pris entre 8,5-9 pour la flottation de plomb et entre 9,5 à 10 pour la flottation de baryte dans la température ambiante.

**b. Le conditionnement**

Après l'agitation de la pulpe qui prend 5 min le conditionnement de différents types des réactifs en premier étage et en deuxième étage est comme suit :

**Tableau III.3.** Les Réactifs utilisées pour la flottation de plomb et la barytine

Les réactifs	Flottation de plomb	Flottation de baryte	Rôles des réactifs	Temps de conditionnement
<b>Modificateurs de pH</b>	NaOH	CaCO <sub>3</sub>	Régulateur de pH	-
<b>Déprimants</b>	Sulfate de zinc	-	Déprimant de zinc	3 mn
	Silicate de sodium	Silicate de sodium	Déprimant de quartz	3 mn
	Acide tannique	Acide tannique	Déprimant de calcite	3 mn
<b>Collecteurs</b>	Éthyle xanthate	Acide oléique	Collecteur	5 mn
<b>Moussants</b>	Huile de pin	Huile de pin	Moussant	1 mn

Avant de commencé le deuxième étage que ce soit dans la flottation de plomb ou dans la flottation de baryte on agite la pulpe 3 min avant l'ajout de réactif. Dans la deuxième partie (flottation de baryte) on agite la pulpe 5min car on ajout de l'eau.

**III.3.3 Les paramètres de flottation étudiés**

Pour optimiser les résultats de flottation on a décidé de varier les paramètres suivant :

- Le temps de raclage ;
- Le dosage des collecteurs xanthate et acide oléique ;
- Le lavage ;
- l'effet de l'acide tannique.

Les tableaux ci-dessous donnent les paramètres des essais de flottation effectuée.

**Tableau III.5.** Les paramètres affectés de la 1<sup>ère</sup> expérience de flottation

Les étages de flottation		Temps de raclage (mn)	Les Réactifs			
			Déprimants de Quartz (g/t)	Déprimants de zinc (g/t)	Collecteurs (g/t)	Moussants (goutte)
Plomb	1 <sup>er</sup>	3	1500	50	200	4
	2 <sup>ème</sup>	2	-	-	50	2
Baryte	1 <sup>er</sup>	3	-	-	500	4
	2 <sup>ème</sup>	2	-	-	100	2

Le paramètre étudié dans le 2<sup>ème</sup> essai de flottation est augmentation de temps de raclage pour les deux étages de flottation de plomb et baryte ainsi que l'opération de lavage pour le deuxième résidu de plomb pour éliminer les réactifs de galène et en ajoutant 500 g/t de déprimant de quartz.

**Tableau III.6.** L'influence de l'augmentation de temps de raclage dans la 2<sup>ème</sup> expérience de flottation

Les étages de flottation		Temps de raclage (mn)	Les Réactifs (g/t)			
			Déprimants de Quartz	Déprimants de zinc	Collecteurs	Moussants (goutte)
Plomb	1 <sup>er</sup>	5	1500	50	200	4
	2 <sup>ème</sup>	3	-	-	50	2
Baryte	1 <sup>er</sup>	5	500	-	500	4
	2 <sup>ème</sup>	3	-	-	100	2

Le paramètre étudié pour le 3<sup>ème</sup> essai de flottation est le dosage des collecteurs (éthyle xanthate, acide oléique) pour les deux étages de la flottation de plomb et de baryte.

**Tableau III.7.** L'influence de l'augmentation de quantité des collecteurs

Les étages de flottation		Temps de raclage (mn)	Les Réactifs			
			Déprimants de Quartz (g/t)	Déprimants de zinc (g/t)	Collecteurs (g/t)	Moussants (goutte)
Plomb	1 <sup>er</sup>	5	1500	50	250	4
	2 <sup>ème</sup>	3	-	-	50	2
Baryte	1 <sup>er</sup>	5	500	-	800	4
	2 <sup>ème</sup>	3	-	-	100	2

Le paramètre étudié dans la 4<sup>ème</sup> expérience est l'effet de l'acide tannique comme déprimant de calcite pour la flottation de baryte.

<b>Tableau III.8.</b> L'influence de l'acide tannique comme déprimant de calcite (flottation de barytine)							
Les étages de flottation		Temps de raclage (mn)	Les Réactifs (g/t)				
			Déprimant de Quartz	Déprimant de zinc	<b>Déprimant de calcite</b>	Collecteur	Moussants (goutte)
Plomb	1 <sup>er</sup>	5	1500	50	-	250	4
	2 <sup>em</sup>	3	-	-	-	50	2
Baryte	1 <sup>er</sup>	5	500	-	<b>200</b>	800	4
	2 <sup>em</sup>	3	-	-	<b>100</b>	100	2

Le paramètre étudié dans la 5<sup>ème</sup> expérience est l'effet de l'acide tannique sur la flottation de plomb.

<b>Tableau III.9.</b> L'effet du l'acide tannique comme déprimant de calcite (flottation de plomb)							
Les étages de flottation		Temps de raclage (mn)	Les Réactifs (g/t)				
			Déprimant de Quartz	Déprimant de zinc	<b>Déprimant de calcite</b>	Collecteurs	Moussants (goutte)
Pb	1 <sup>er</sup>	5	1500	50	<b>200</b>	250	4
	2 <sup>ème</sup>	3	-	-	<b>50</b>	50	2

## Chapitre IV. Interprétation des résultats

### Introduction

Dans le présent chapitre, nous allons rapporter et interpréter les différents résultats de travaux effectués : caractérisation du minerai, consommation de collecteurs sur la baryte et galène pures et enfin, essais de flottation de baryte et de galène d'un minerai plombo-barytique.

### IV.1 Caractérisation de minerai

#### IV.1.1 Analyse granulométrique

Les résultats obtenus par tamisage sont mentionnés dans le tableau suivant :

Ouvertures des tamis (mm)	Masses (g)	(% rendement pondéral	Rendement cumulatif (%)	
			Refus (R)	Tamisât (T)
> 4,0	16	0,8	0,80	99,55
2,0– 4,0	210	10,53	11,33	98,75
2,0 – 1	378	18,95	30,28	88,67
1– 0,5	302	15,14	45,42	69,72
0,5 – 0,25	286	14,34	59,76	54,48
0,25 – 0,125	376	18,85	78,61	40,24
0,125 – 0,08	268	13,43	92,04	21,39
0,08 – 0,630	120	6,01	98,05	7,96
0,630-0,4	30	1,50	99,55	1,95
<0,4	8,1	0,40	-	0,45
<b>Somme</b>	1994,1	99,95	-	-

L'analyse granulométrique par tamisage a révélé que le plus rendement est obtenu dans la tranche granulométrique 2,0-1, et le plus bas rendement est obtenu dans la tranche granulométrique <0,4, et on distingue que la répartition des grains de minerai n'est pas homogène, car la majorité du tamisât se concentre dans les tranches de 0,08 à 1 mm.

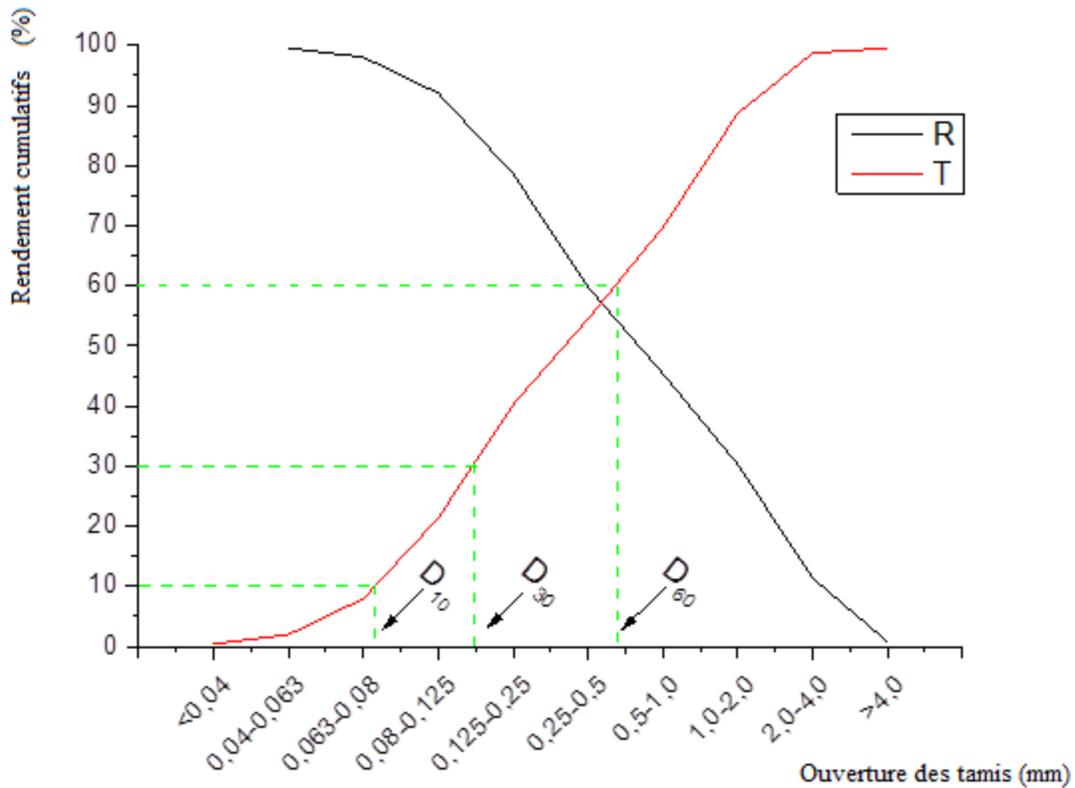


Figure IV.1. Courbe de tamisât et de refus en fonction de la maille des tamis

D10, D30, D60 représentent respectivement les diamètres des éléments correspondant à 10%, 30% et 60% du tamisât. D'après la courbe du tamisât en fonction de la maille des tamis on obtient :

- $D_{10} = 0,09 \text{ mm}$
- $D_{30} = 0,1875 \text{ mm}$
- $D_{60} = 0,7 \text{ mm}$

Ses éléments nous permettent d'identifier notre échantillon en calculant le coefficient d'uniformité (Cu) et le coefficient de courbure (Cc) comme suit :

Coefficient d'uniformité :  $Cu = \frac{D_{60}}{D_{10}}$  , A.N:  $Cu = \frac{0,7}{0,09} = 7,77$

$Cu > 2$  : La granulométrie est étalée.

Coefficient de courbure :  $Cc = \frac{D_{30}^2}{D_{10}} \times D60$ , A.N :  $Cc = \frac{0,1875^2}{0,09} \times 0,7 = 0,55$

$Cc < 1$  : implique que la granulométrie est mal graduée.

### IV.1.2 Caractérisation minéralogique du minerai

La composition minéralogique par diffraction à rayons X a été déterminé pour le minerai à l'état brut broyé < 200 µm, les résultats obtenus sont présentés par le diffractogramme de la figure IV.2.

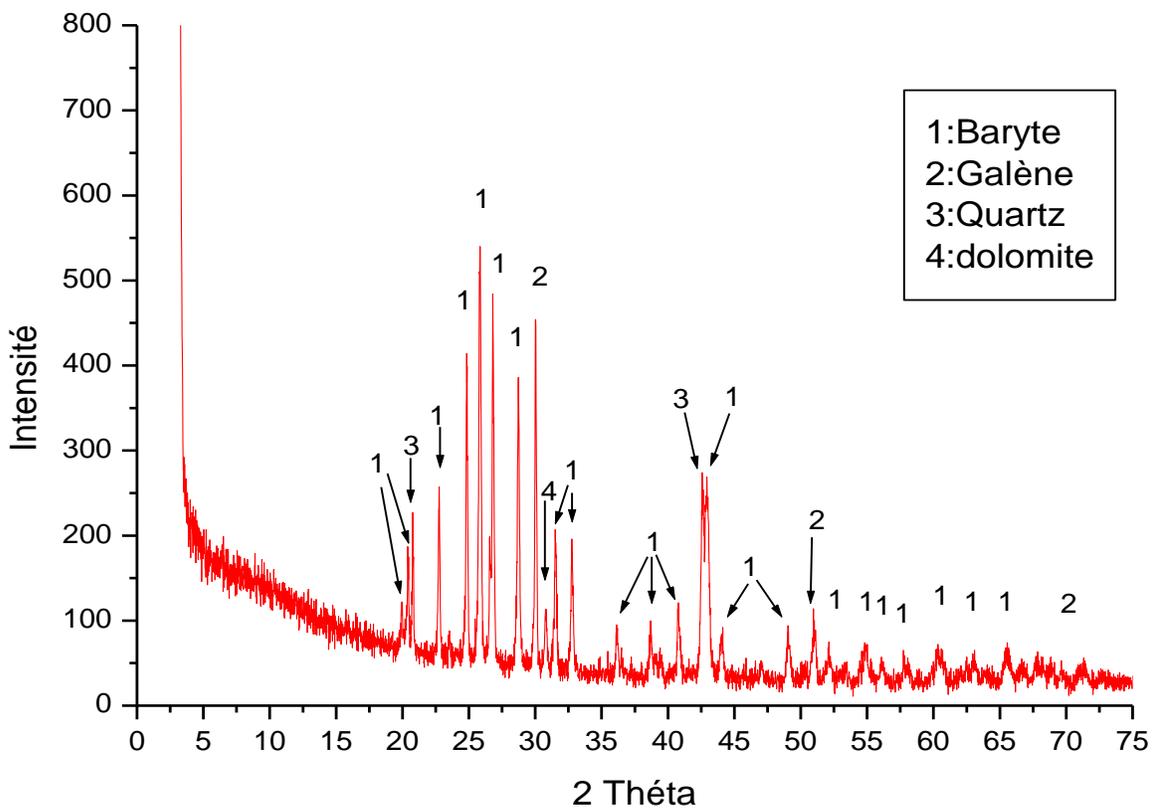


Figure IV.2. Diffractogramme de rayons X de minerai étudié

L'analyse par DRX mis en évidence que notre minerai est plombo-barytique confirmé par l'apparition des pics caractérisant la baryte ainsi que la galène. De plus, l'échantillon est caractérisé par une gangue représenté essentiellement par le quartz et la dolomite.

### IV.1.3 Caractérisation chimique

#### IV.1.3.1 Analyse par fluorescence X

La composition chimique a été déterminée par la fluorescence X pour le minerai à l'état brut broyé < 80 µm, les résultats des composés obtenus sont mentionnés comme suivants : BaO (25,895)MgO (1.445), SiO<sub>2</sub> (8.167), CaO (8.049) et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1,055)

Alors, la teneur de BaSO<sub>4</sub> est 37,234 %, 7.

#### IV.1.3.2 Analyse par Spectrométrie d'Adsorption Atomique

En plus, l'échantillon du minerai a été caractérisé par la SAA pour les éléments chimiques Plomb, fer, cuivre et zinc. Cependant, l'analyse du Baryum par cette méthode n'est pas effectuée par manque de la lampe de baryum au sein de notre université. Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau ci-dessus.

<b>Tableau IV.3. Résultats d'analyse du minerai par SAA.</b>		
<b>Métaux</b>	<b>Concentration donnée par la SAA</b>	<b>Teneur de métal (%)</b>
<b>Plomb</b>	4,31	4,31
<b>cuivre</b>	0,0063	0,0063
<b>Zinc</b>	0,99	0,99
<b>Fer</b>	0,31	0,31

En conclusion, les résultats de caractérisation chimique par FX et SAA confirment l'identification minéralogique par DRX. En effet, notre minerai est de minéralisation plombo-barytique (4, 31 % de plomb et 37,234 % de baryte) avec une gangue carbonatée représentée par la calcite et la dolomite ainsi de silice. On remarque aussi la présence de zinc.

## IV.2 Etude de la consommation des collecteurs

### IV.2.1 Acide oléique sur la Baryte

La consommation de l'acide oléique par la surface de baryte pure a été vérifiée par la méthode d'IR.

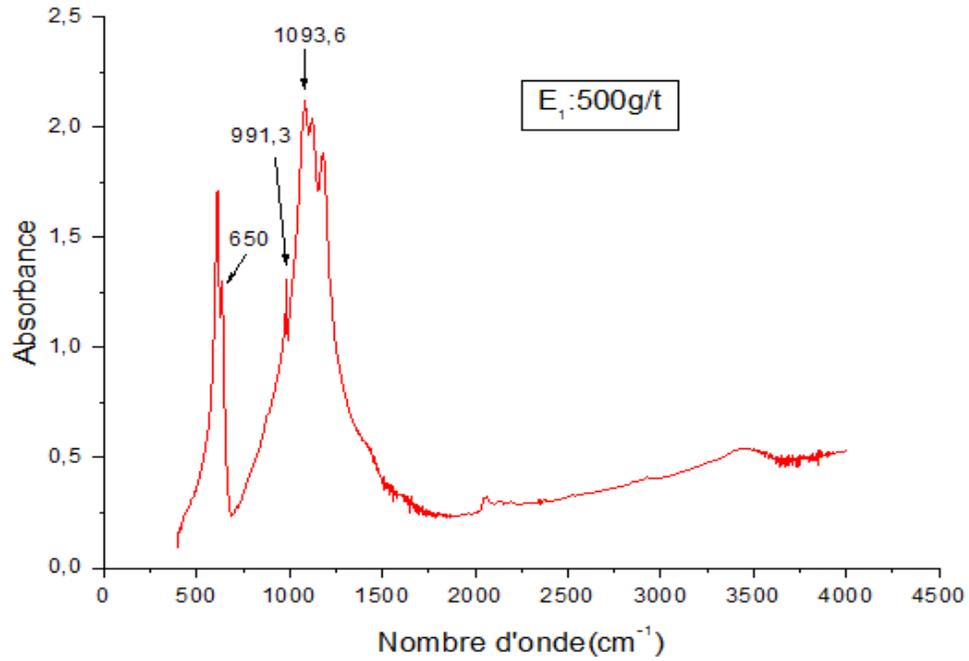


Figure IV.3. Spectre d'infrarouge de baryte avec 500 (g/t) d'acide Oléique.

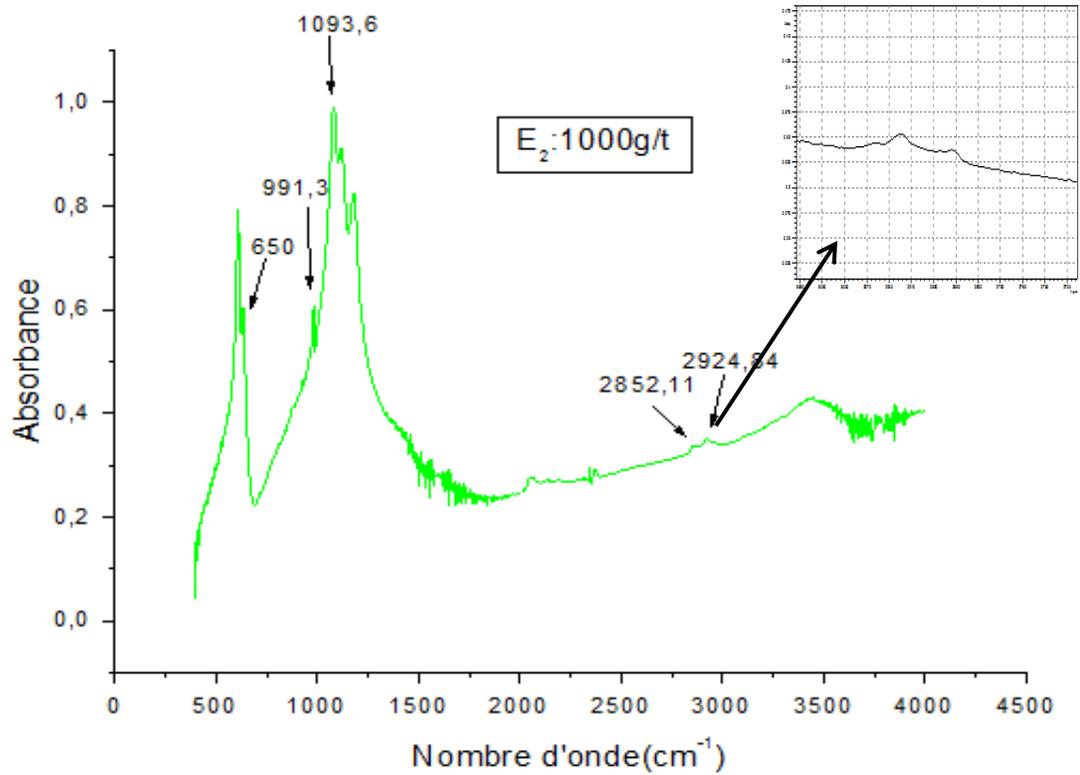


Figure IV.4. Spectre d'infrarouge de Baryte avec 1000 g/t d'acide Oléique.

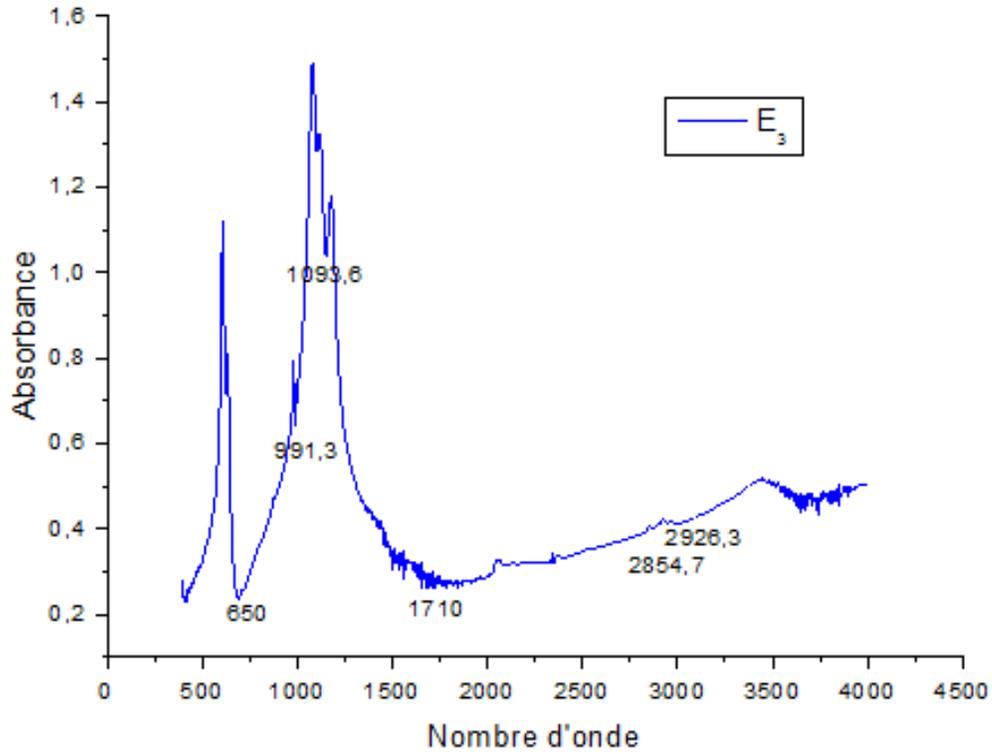


Figure IV.5. Spectre d'infrarouge de baryte avec 1500 (g/t) d'Acide Oléique.

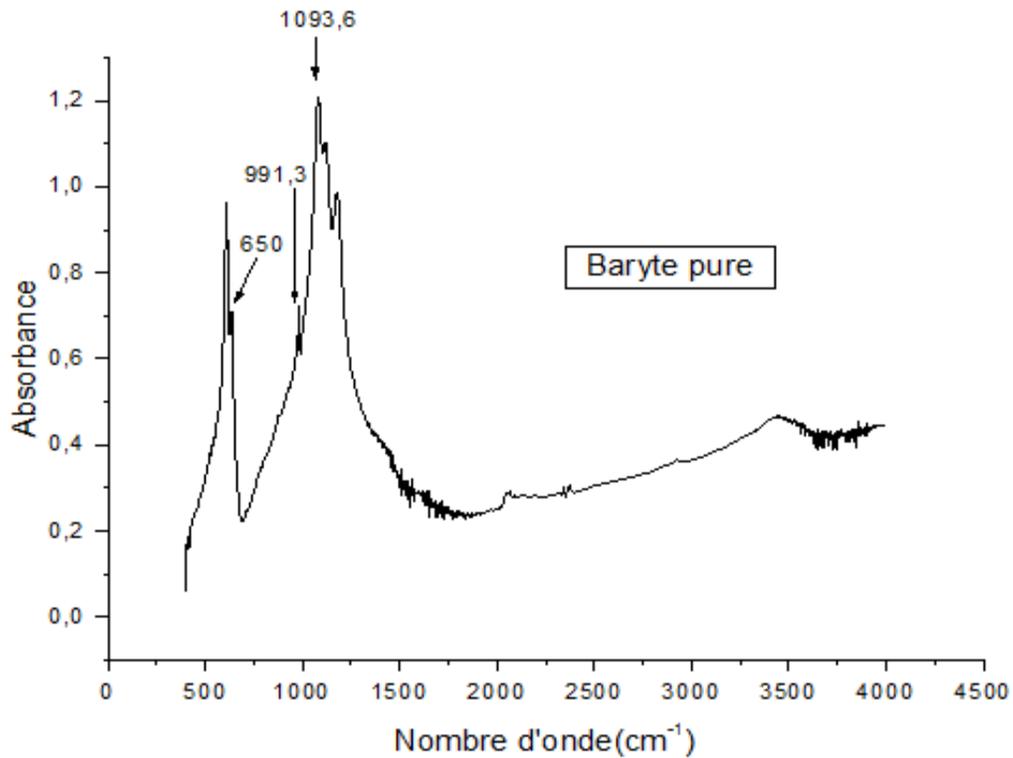


Figure IV.6. Spectre d'infrarouge de baryte pure.

Les bandes IR 650,0, 991,3 et 1093,6 sont caractéristiques du groupe de sulfate (600 –1100) en barytine. Pour les deux crêtes à 2926,3 et à 2854,7 sont attribuées aux fréquences, asymétriques et symétriques de  $-\text{CH}_2$  d'acide oléique. [28]

La bande large observée de  $3400\text{ cm}^{-1}$  jusqu'à  $3700\text{ cm}^{-1}$  est attribuée à l'élongation symétrique de molécule d'eau (caractéristique de groupement OH) [29-30]

Comparant les spectres d'IR de baryte avec différents dosages d'acide oléique à celui de baryte pure, nous remarquons que le dosage de 500 g/t n'est pas concluant par manque des pics caractérisant le collecteur acide oléique, mais ils sont apparus dans les spectres de 1000 et 1500 g/t. Nous pouvons alors avancer que le meilleur dosage de consommation d'acide oléique est au voisinage de 1000 g/t.

Il est bien de signaler que les conditions de conservation des échantillons ont surement influencé sur la qualité des spectres.

#### IV.2.2 Éthyle Xanthate sur la galène

La consommation de l'éthyle xanthate par la surface de galène pure a été aussi vérifiée par la méthode d'IR.

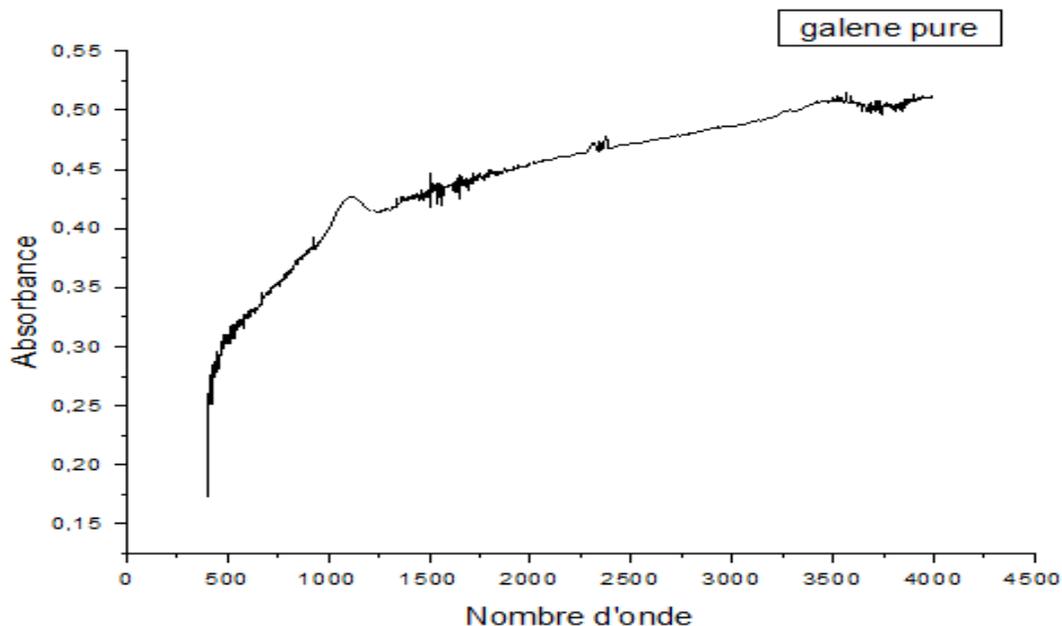


Figure IV.7. Spectre d'infrarouge de galène pure

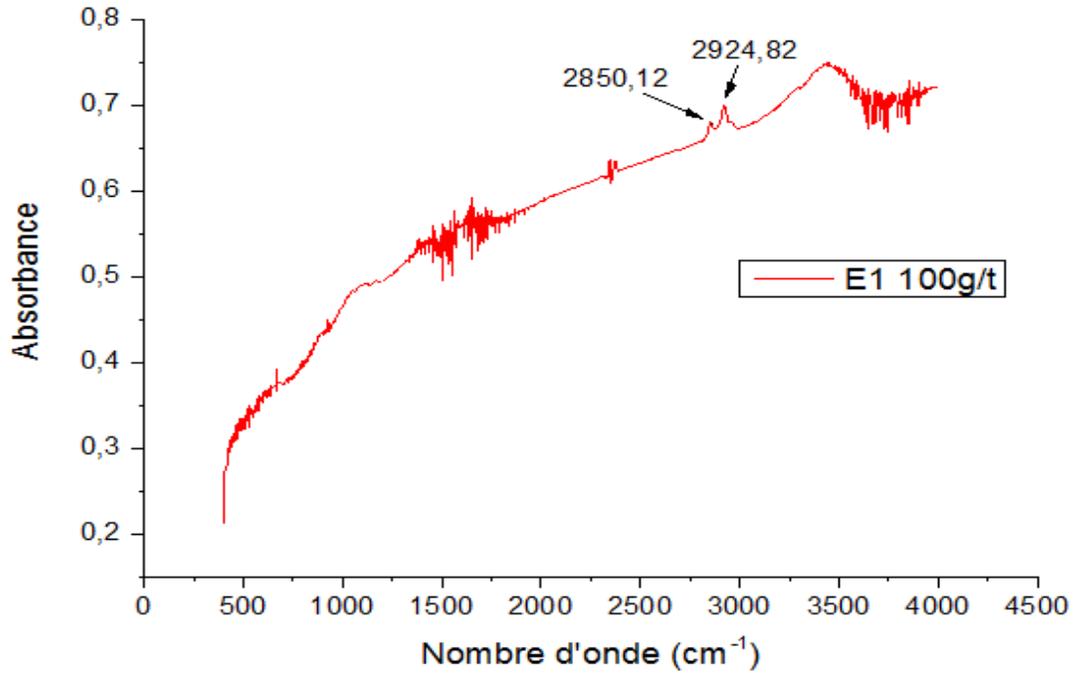


Figure IV.8. Spectre d'infrarouge de galène avec 100 (g/t) de xanthate.

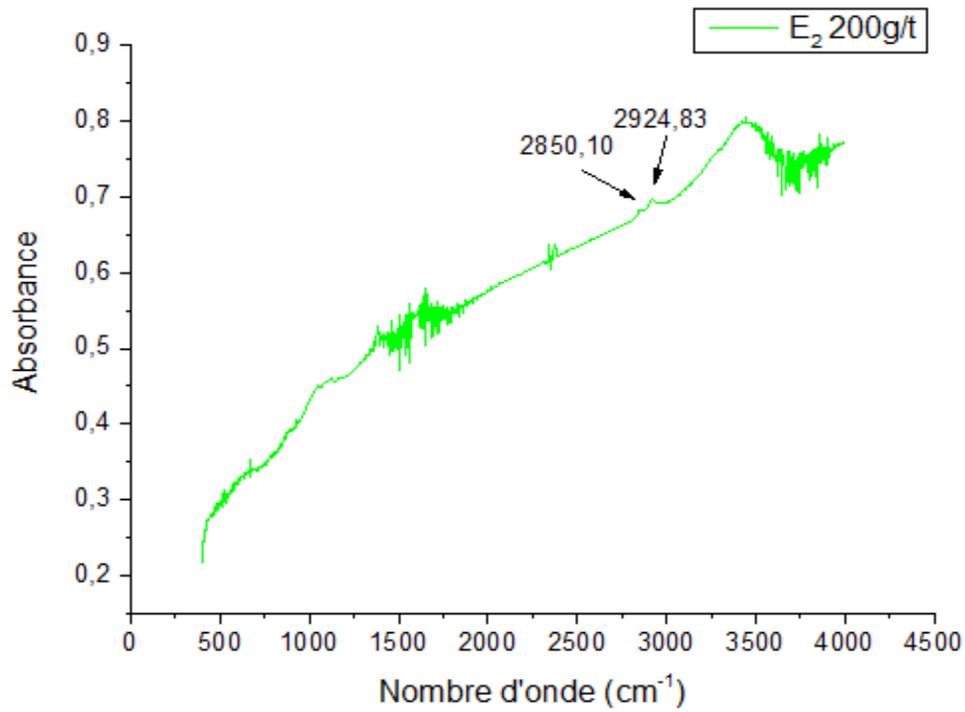
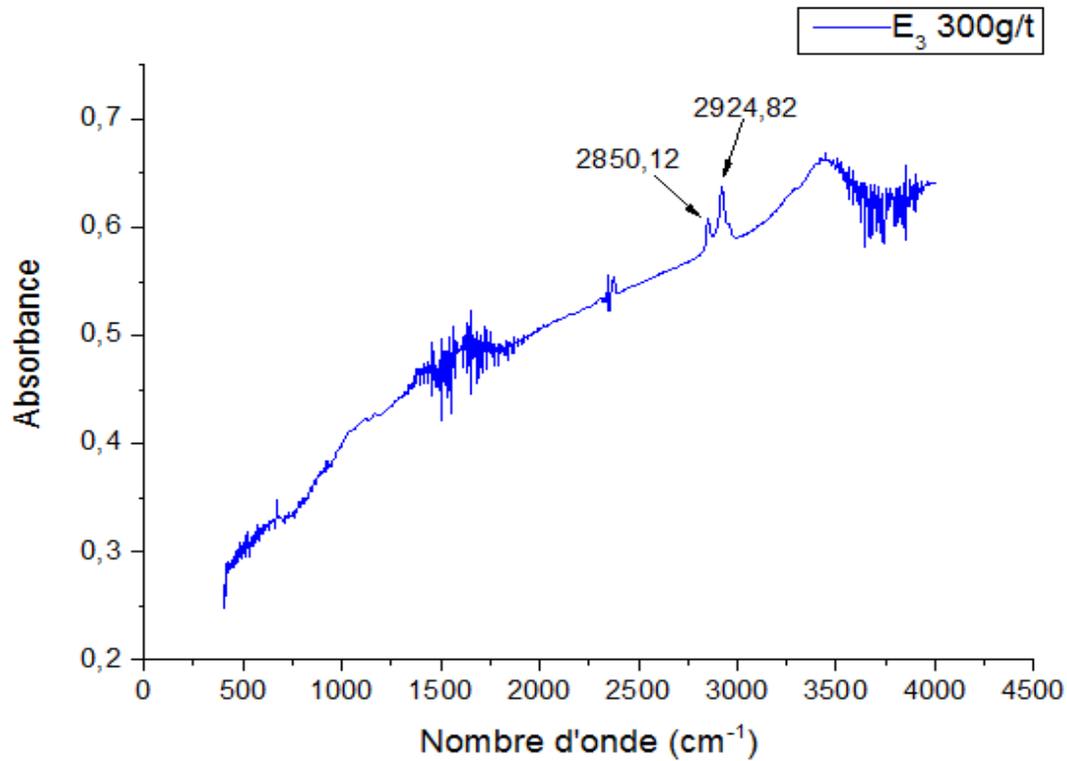


Figure IV.9. Spectre d'infrarouge de galène avec 200 (g/t) de xanthate.



**Figure IV.10.** Spectre d'infrarouge de galène avec 300 (g/t) de xanthate

Après une comparaison entre les spectres d'infrarouge de galène pure et les différents dosages de xanthate, on voit l'apparition de nouvelles bandes à 2854 et 2926 qui sont attribuées aux fréquences asymétriques et symétriques de  $-\text{CH}_2$  de l'éthyle xanthate, cela implique la consommation d'éthyle xanthates par les grains de la galène. Cependant, nous ne pouvons pas statuer sur le meilleur dosage car les trois échantillons ont presque la même intensité des pics mais nous pouvons dire que le dosage d'éthyle xanthate pour la galène commence par 100 g/t.

### IV.3 Essais de flottation

Le poids de chaque concentré, prélèvement ainsi que résidu des différents essais de flottation effectués sont donné par les tableaux ci-dessous :

<b>Tableau IV.4. Résultats de l'essai 01 de flottation</b>			
Essai 01			Masse (g)
Flottation de plomb	Etage 01	C <sub>1</sub>	35,72
		Pré <sub>1</sub>	15,92
	Etage 02	C <sub>2</sub>	15,74
		Pré <sub>2</sub>	-
Flottation de baryte	Etage 01	C <sub>1</sub>	113,12
		Pré <sub>1</sub>	16,92
	Etage 02	C <sub>2</sub>	27,49
		Rf	50,20

<b>Tableau IV.5. Résultats de l'essai 02 de flottation</b>			
			Masse (g)
Flottation de plomb	Etage 01	C <sub>1</sub>	43,15
		Pré	12,87
	Etage 02	C <sub>2</sub>	21,40
		Pré	21,25
Flottation de baryte	Etage 01	C <sub>1</sub>	80,95
		Pré	14,7
	Etage 02	C <sub>2</sub>	29,63
		Rf	25,34

<b>Tableau IV.6. Résultats de l'essai 03 de flottation</b>			
Essai 03			Masse (g)
<b>Flottation de plomb</b>	<b>Etage 01</b>	C <sub>1</sub>	46,64
		Pré	-
	<b>Etage 02</b>	C <sub>2</sub>	13,97
		Pré	50,26
<b>Flottation de baryte</b>	<b>Etage 01</b>	C <sub>1</sub>	79,31
		Pré	32,15
	<b>Etage 02</b>	C <sub>2</sub>	17,81
		Rf	26,28

Tableau IV.7. Résultats de l'essai 04 de flottation			
Essai 04			Masse (g)
Flottation de plomb	Etage 01	C <sub>1</sub>	38,16
		Pré	40,1
	Etage 02	C <sub>2</sub>	6,32
		Pré	33,40
Flottation de baryte	Etage 01	C <sub>1</sub>	72,14
		Pré	3,77
	Etage 02	C <sub>2</sub>	17,03
		Rf	57,38

Tableau IV.8. Résultats de l'essai 05 (flottation de plomb)			
Essai 05			Masse (g)
Flottation de plomb	Etage 01	C <sub>1</sub>	36,81
		Pré	25,56
	Etage 02	C <sub>2</sub>	10,21
		Rf	209,37

#### IV.3.1 Flottation de plomb

##### IV.3.1.1 Etude de la flottation par le rendement pondéral

Le rendement pondéral de premier concentré de Pb :

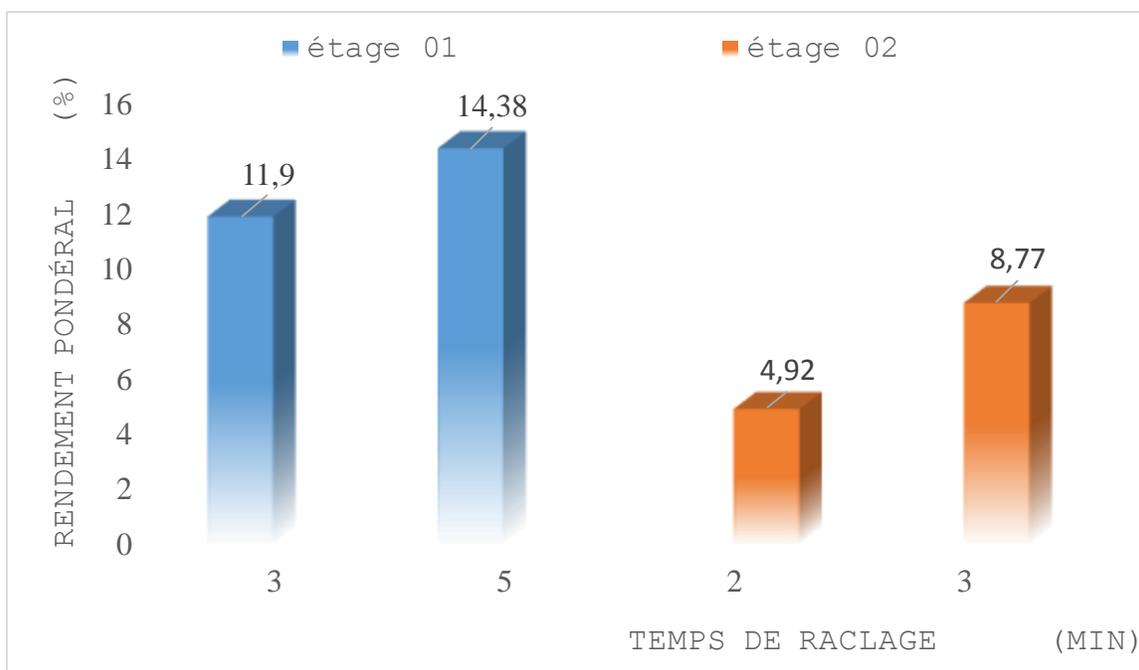
$$C1 = \frac{MC1}{A} \quad \text{IV.1}$$

Le rendement pondéral de deuxième concentré de Pb :

$$C2 = \frac{MC2}{A - (MC1 + Pré)} \quad \text{IV.2}$$

##### a. Effet du temps de raclage

Tableau IV.9. Effet de temps de raclage sur le rendement pondéral (essais 01 et 02).			
Essais 01 et 02	Masses (g)	Temps de raclage (min)	Rendement pondéral du concentré
Etage 01	35,72	3	11,90
	43,15	5	14,38
Etage 02	15,74	2	4,92
	21,40	3	8,77



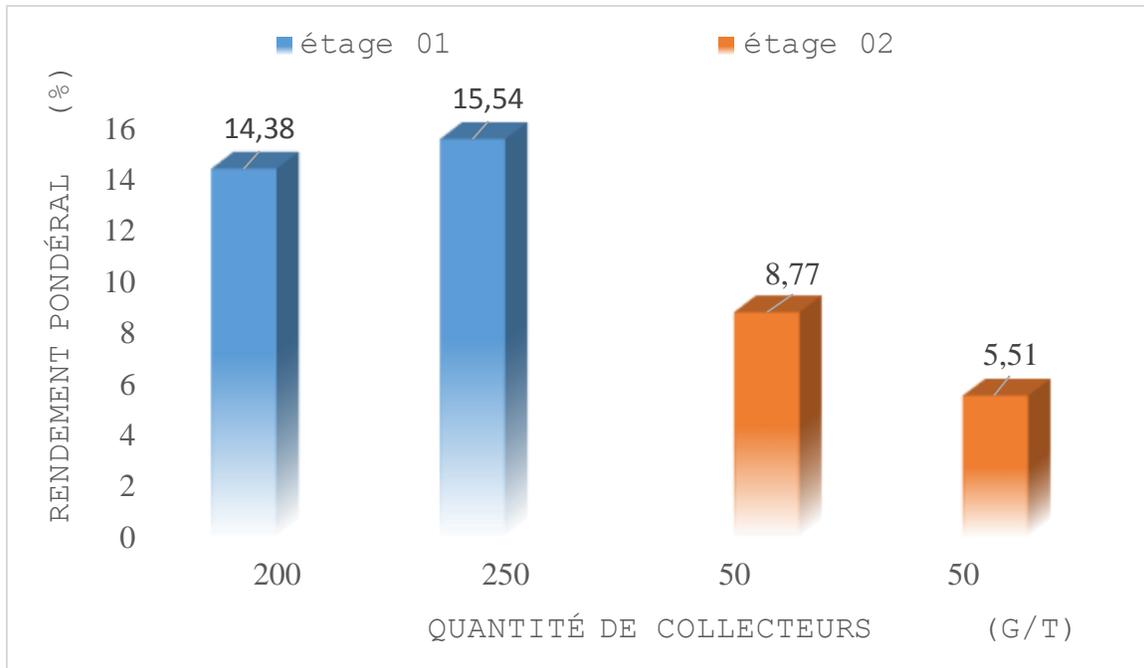
**Fig.IV.11.** Histogramme des rendements pondéraux des concentrés en fonction de temps de raclage (essais 1 et 2)

La différence remarquable entre le rendement en poids entre les deux essais est tout à fait normale car avec l'augmentation de temps de raclage on aura une augmentation de la masse de concentré récupérer.

**b. Effet du dosage de collecteurs**

**Tableau IV.10.** Effet de quantité de collecteurs sur le rendement pondéral (essais 02 et 03).

Essais 02 et 03	Quantité de collecteurs (g/t)	Masses (g)	Rendement pondéral des concentrés (%)
1 <sup>er</sup> étage	200	43,15	14,38
	250	46,64	15,54
2 <sup>ième</sup> étage	50	21,40	8,77
	50	13,97	5,51

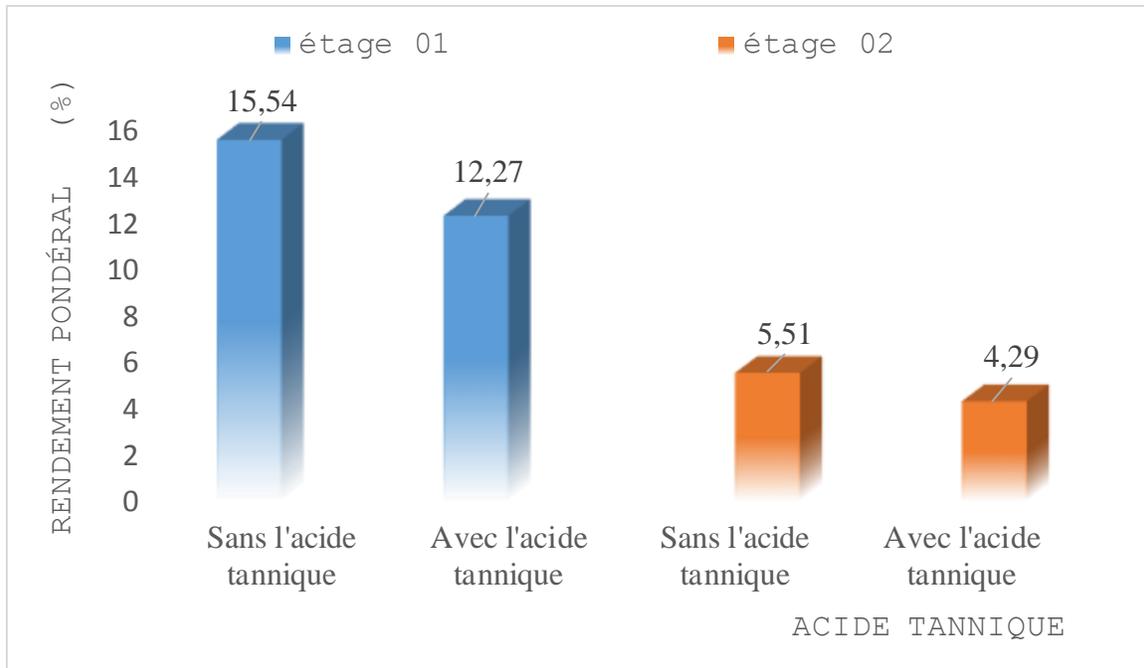


**Fig. IV.12.** Histogramme des rendements pondéral des concentrés en fonction de quantité des collecteurs g/t (essais 2 et 3)

On voit que dans le premier étage il y a une petite différence entre le rendement pondéral de concentré dans les deux essais étudiés on peut dire que cela est revient à la méthode de raclage (raclage manuelle) par contre dans le deuxième étage on a une différence remarquable, donc on peut dire qu'avec un excès de collecteur on aura un bon rendement pondéral car on a dit que ce dernier doit être le plus bas possible

**c. Effet du déprimant acide tannique**

Essais 03 et 05	Acide tannique	Masse (g)	Rendement pondéral de concentrés (%)
<b>1<sup>er</sup> étage</b>	Sans	46,64	15,54
	Avec	36,81	12,27
<b>2<sup>ième</sup> étage</b>	Sans	13,97	5,51
	Avec	10,21	4,29



**Figure IV.13.** Histogramme des rendements pondéral des concentrés en fonction de l'ajout de l'acide tannique

On voit que sans acide tannique il y'a une augmentation de rendement pondéral de concentré cela met en doute que cette augmentation est le poids des carbonates

#### IV.3.1.2 Etude de la flottation par le rendement métal

La teneur en plomb a été déterminée par la SAA pour les concentrés et les résidus des essais de flottation après leur mise en solution qui a été décrite dans le chapitre III.

La teneur en plomb est calculée comme suit :

$$\% Pb = C \times RD \times \frac{V}{m} \times 100 \% \quad \text{IV.3}$$

Avec :

$C$  : Concentration en Pb donnée par SAA (mg /l) ;

$RD$  : Rapport de Dilution (21 v/v) ;

$V$  : Volume de la solution mère (100 ml) ;

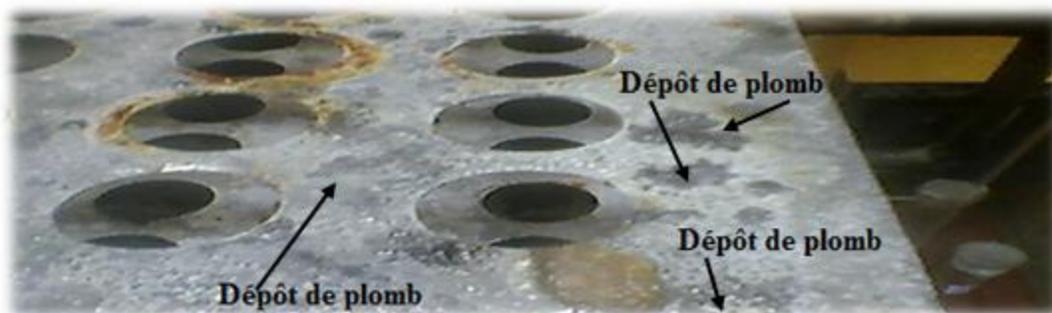
$M$  : Masse de la prise d'essai (100 g).

La dilution est 100, on a pris 1ml de la solution à analyser et on a ajouté l'eau distillée jusqu'à 100 ml, cela va faciliter les calculs (la concentration donnée par la SAA est la teneur en Pb).

Le tableau ci-dessous donne la concentration donnée par le SAA et la teneur en plomb pour chaque échantillon.

Essais	Essai 01		Essai 02		Essai 03		Essai 04		Essai 05	
	C	Pré								
<b>1<sup>er</sup> étage</b>	4,62	1,04	2,75	0,42	5,61	-	6,32	0,75	7,44	3,07
<b>2<sup>ième</sup> étage</b>	4,71	-	4,01	0,34	6,20	0,65	3,31	0,48	6,96	1,82

Nous avons été surpris par les résultats obtenus par SAA des teneurs en plomb des concentrés, car à l'œil nu les échantillons des concentrés sont vraiment des concentrés plombifères. En effet, l'obtention d'un concentré de flottation de 6 à 7% à partir d'un minerai de 4,31% de plomb sera largement une atteinte à la notion principale de la flottation qui est bien la valorisation et l'enrichissement. Nous avons revu notre protocole de flottation mais aucune faille n'a été soulevé ou à mentionner, cependant, lors de la mise en solution des concentrés et résidus nous avons remarqué des dépôts de plomb sur le minéralisateur (figure IV.14). A ce constat, nous avons réorienté l'analyse de certains échantillons vers la DRX. Les résultats représentés dans les figures ci-dessous de cette dernière méthode confirment que nos échantillons de concentrés sont vraiment riche en plomb et largement dépassant les valeurs de 7%.



**Figure IV.14.** Dépôt de plomb sur le minéralisateur lors de la mise en solution.

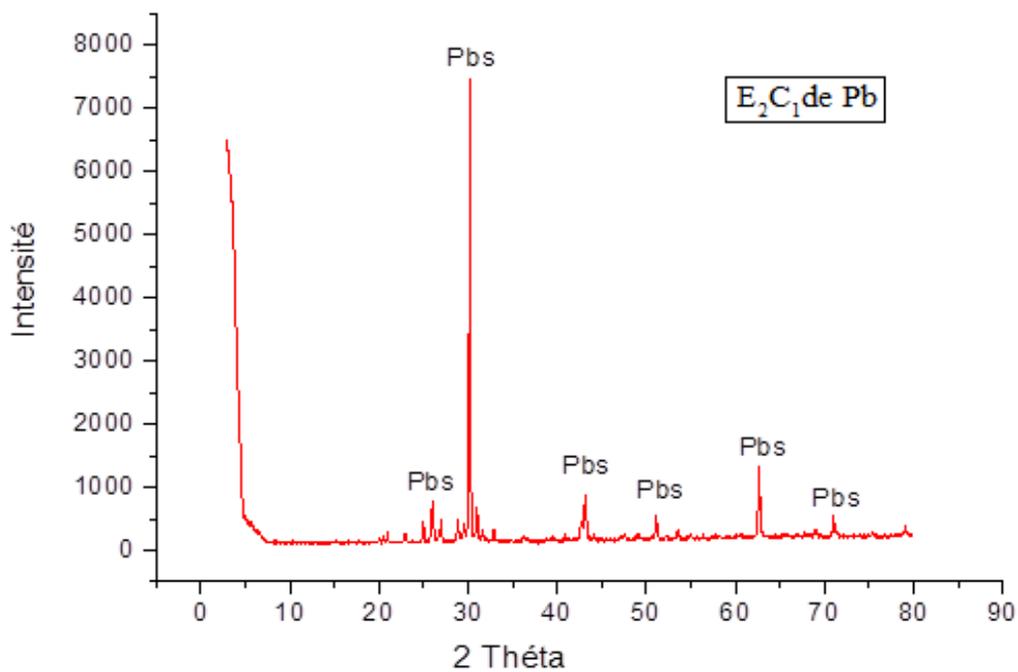


Figure IV.15. Diffractogramme DRX de concentré 01 de Pb de l'essai 02.

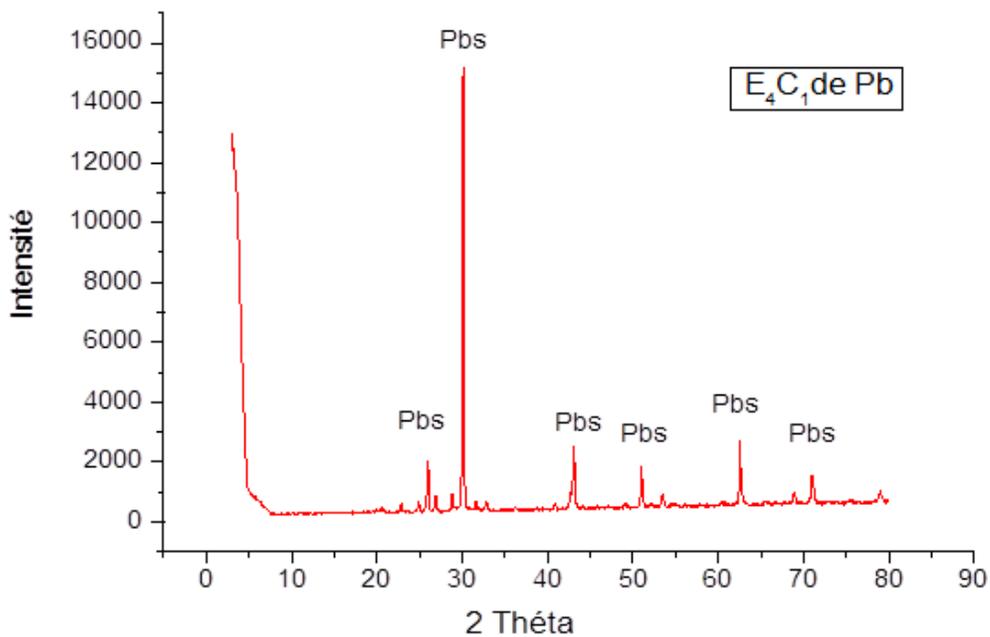
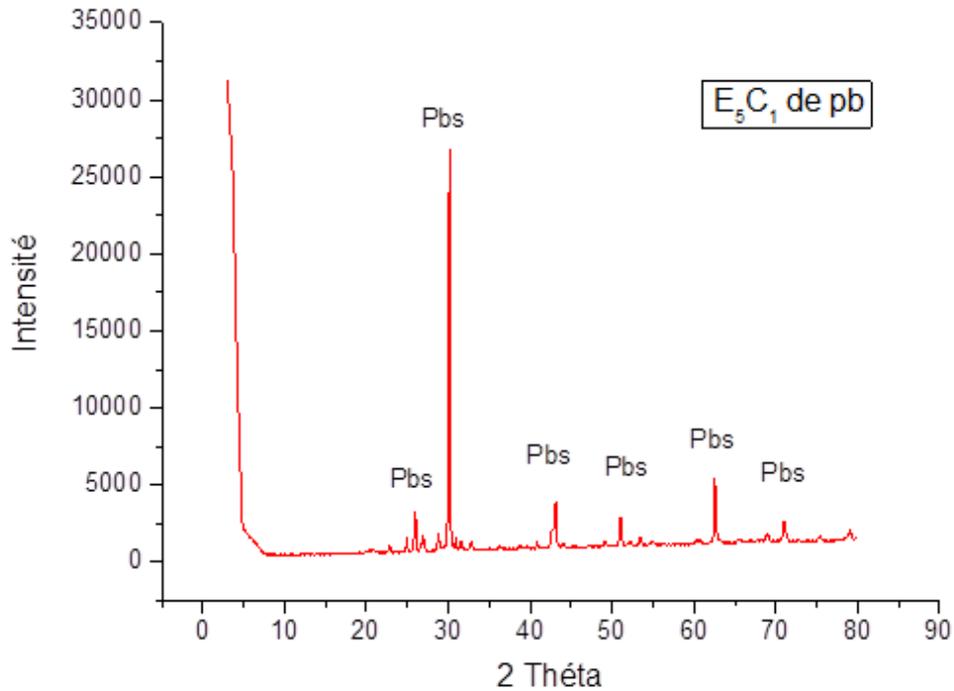


Figure IV.16. Diffractogramme DRX de concentré 01 de Pb de l'essai 04.



**Figure IV.17.** Diffractogramme DRX de concentré 01 de Pb de l'essai 05.

D'après ces trois diffractogrammes, on remarque que les pics les plus élevés sont ceux de la galène, et on peut dire que la teneur en plomb est plus grande que celle était donnée par la SAA. La différence des résultats entre la DRX et la SAA, est due à la méthode mise en solution par la méthode « évaporation à sec » dans un système ouvert ou la majorité du plomb a été évaporé sous forme des ions après avoir dissous par l'attaque acide (l'eau régale). En plus, nous avons effectué aussi des analyses par DRX pour 03 résidus de nos essais de flottation.

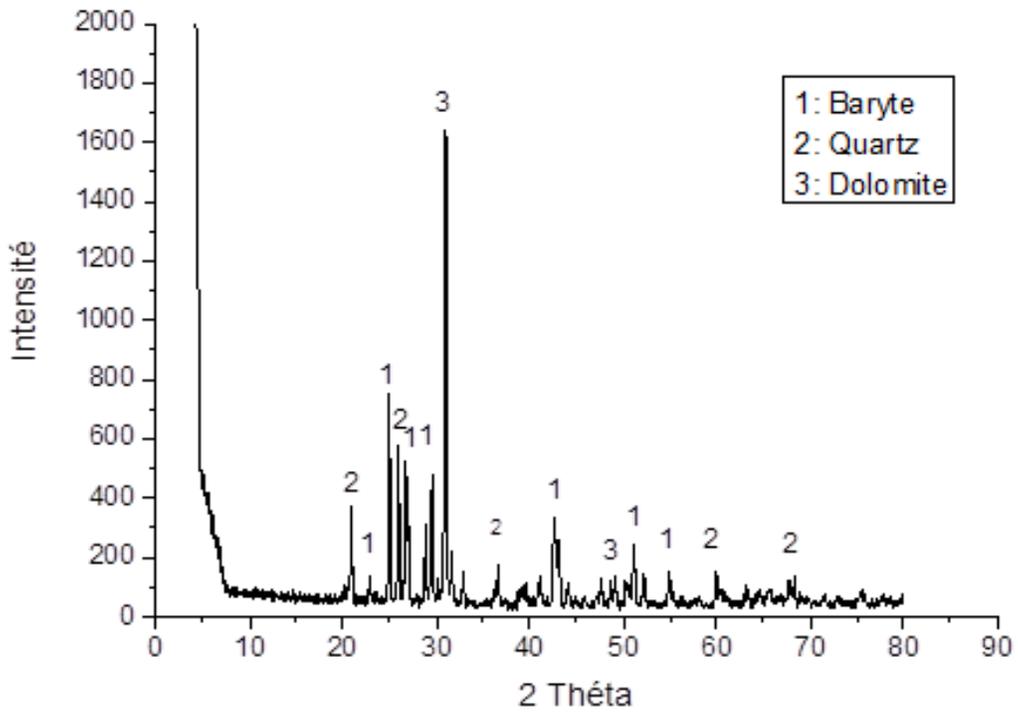


Figure IV.18. Diffractogramme DRX de résidu 01 de Pb de l'essai 02

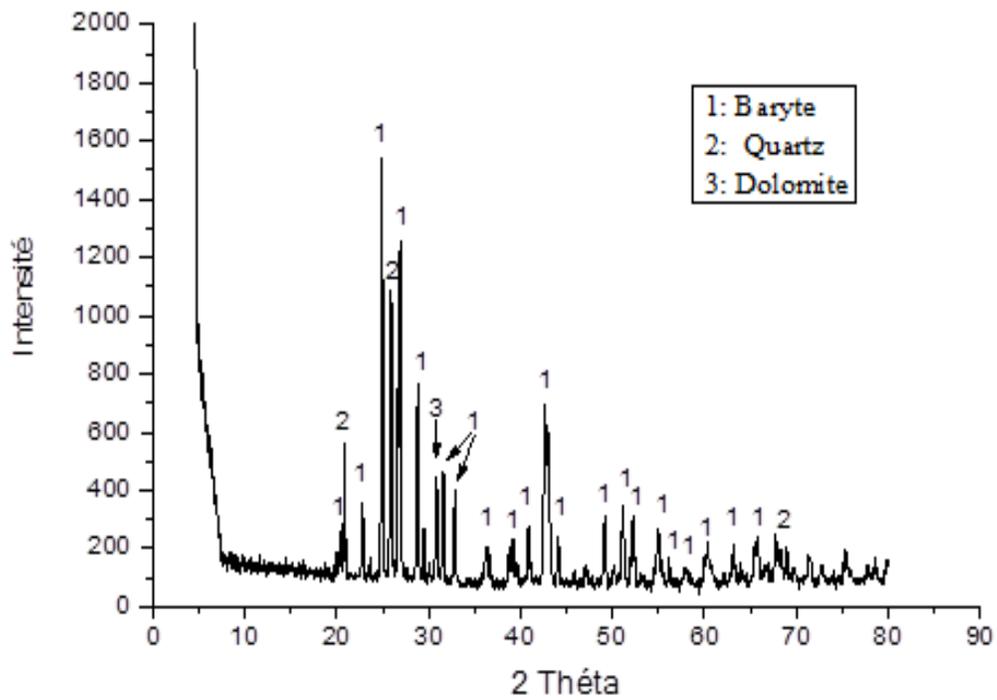
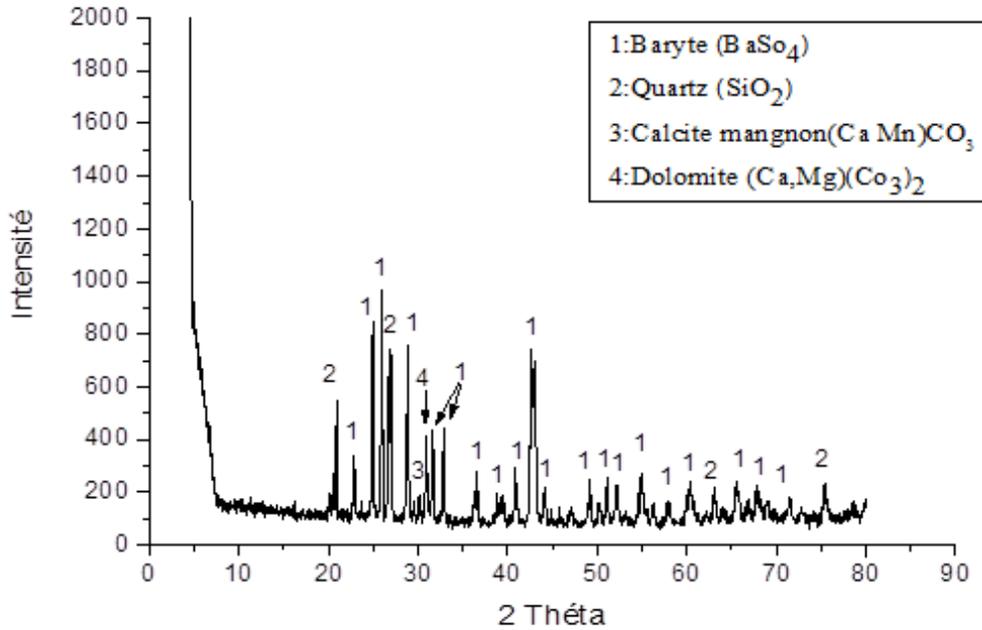


Figure IV.19. Diffractogramme DRX de résidu 01 de Pb de l'essai 04



**Figure IV.20.** Diffractogramme DRX de résidu 01 de Pb de l'essai 05

D'après les résultats de DRX on voit l'absence des pics caractérisant la galène dans les trois résidus analysés, cela confirme le doute que l'on a posé.

Donc la mise en solution par méthode évaporation à sec avec un système ouvert ne donnent pas des bons résultats, car il y'a beaucoup de perte, et on recommande d'utiliser un système fermé.

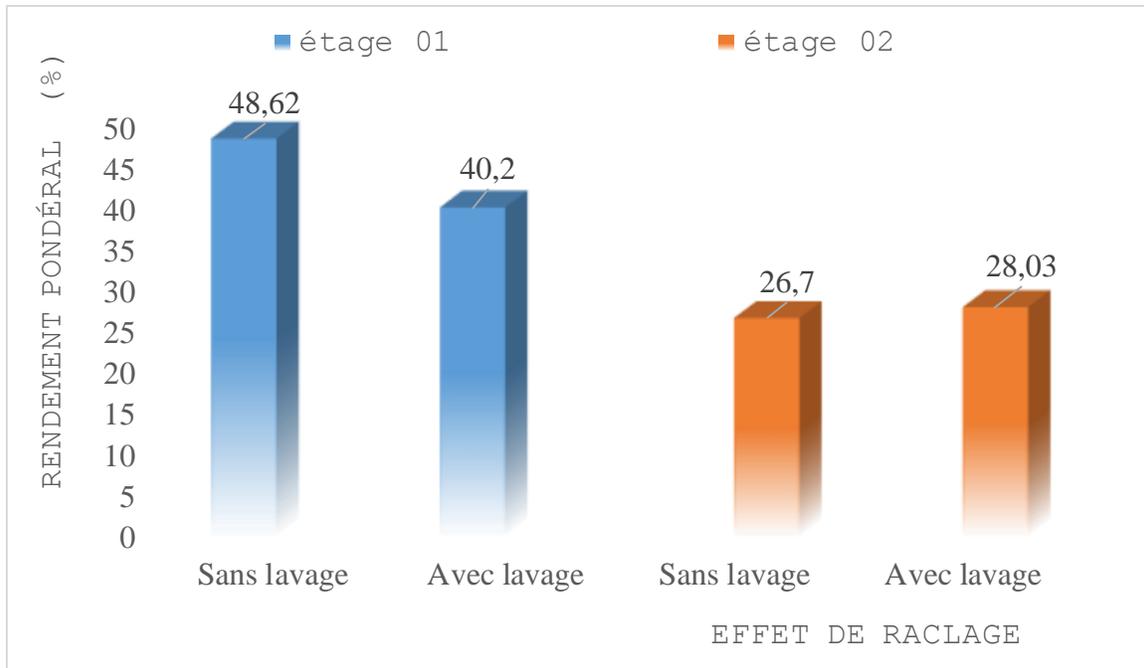
### IV.3.2 Flottation de Baryte

#### IV.3.2.1 Etude de la flottation de baryte par le rendement pondéral

##### a. Effet de lavage (essai 01 et 02)

Les résultats des expériences étudiées sont donnés dans le tableau suivant :

<b>Tableau IV.13.</b> Effet de lavage sur le rendement pondéral des concentrés (essais 1 et 2)			
Effet de raclage		Masse (g)	Rendement pondéral de concentré (%)
<b>Etage 01</b>	Sans lavage	113,12	48,62
	Avec lavage	80,95	40,20
<b>Etage 02</b>	Sans lavage	27,49	26,7
	Avec lavage	29,63	28,03

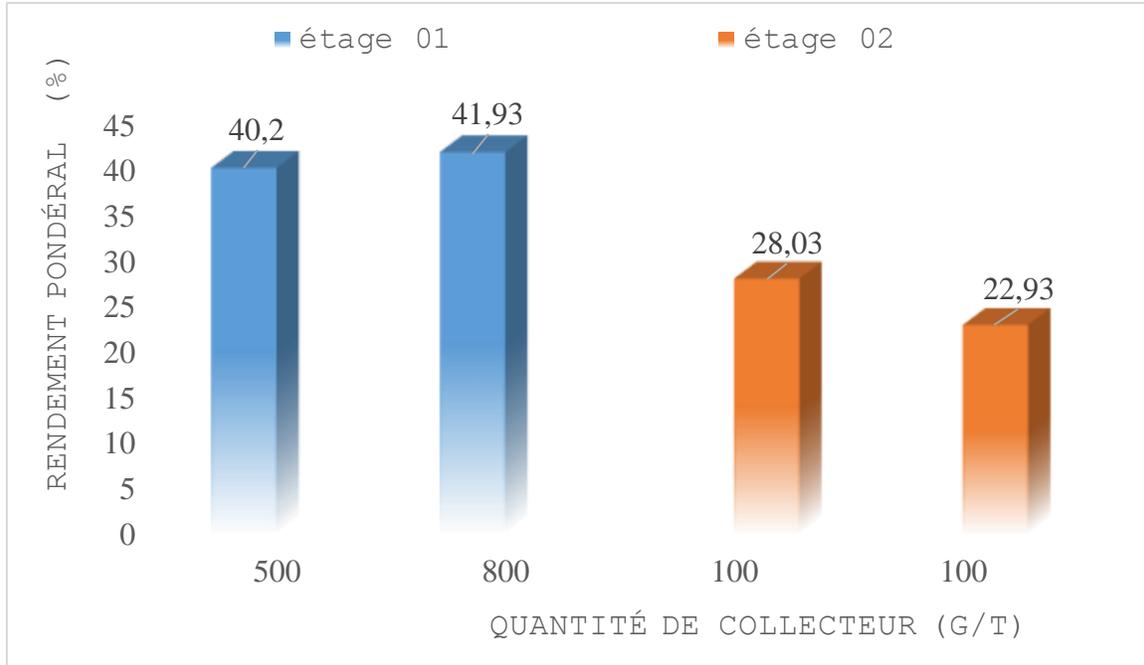


**Figure IV.21.** Histogramme de l'Effet de lavage sur le rendement pondéral des concentrés (essais 1 et 2)

Il ressort de ces résultats qu'avec lavage on a une réduction remarquable de rendement pondéral de concentré, dans le premier étage, la comparaison entre ces deux essais en basant sur le rendement pondéral donnent qu'avec lavage on a une meilleure récupération.

**b. Effet quantités des réactifs (essai 02 et 03)**

Quantité de collecteur (g/t)		Masse (g)	Rendement pondéral de concentré (%)
<b>Etage 01</b>	500	80,95	40,20
	800	79,31	41,93
<b>Etage 02</b>	100	29,63	28,03
	100	17,81	22,93

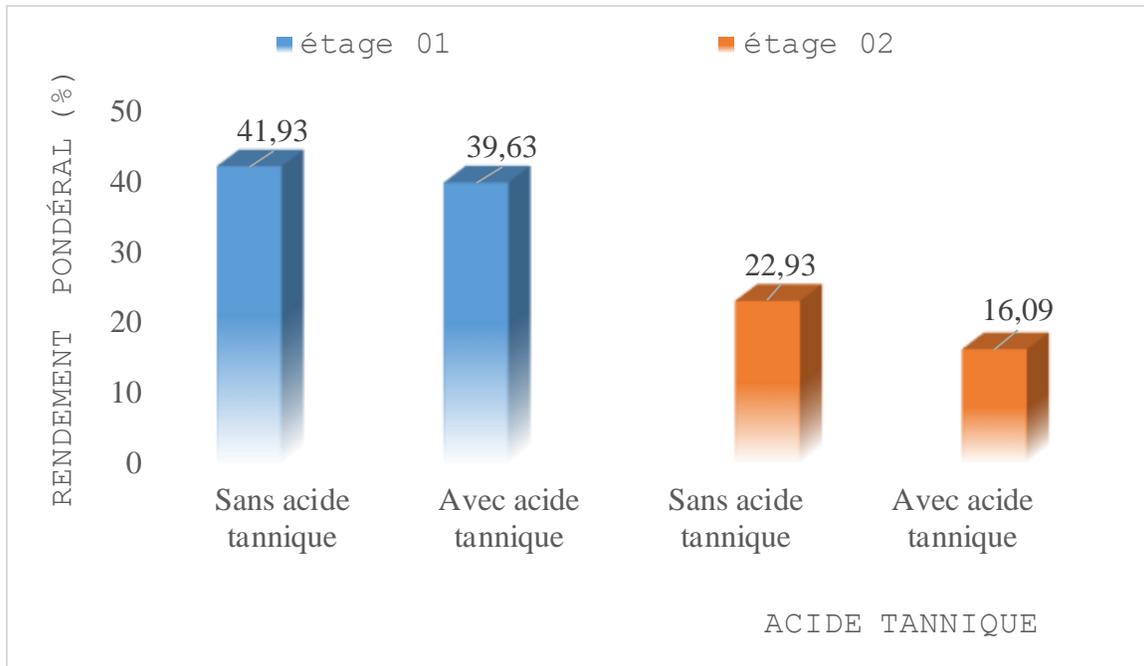


**Figure IV.22.** Histogramme de l'effet de la quantité de collecteur sur le rendement pondéral (essais 2 et 3)

Il ressort de ces résultats une différence inappréciable en quantité de baryte récupérer. Si on se base sur la notion qui dit « le rendement en poids doit être le bas possible » on conclut qu'avec les dosages 800 g/t et 100 g/t respectivement en premier et en deuxième étage on a la meilleure récupération

**c. L'effet de l'acide tannique (essai 03 et 04)**

Acide tannique		Masse (g)	Rendement pondéral de concentré (%)
<b>Etage 01</b>	sans	79,31	41,93
	avec	72,14	39,63
<b>Etage 02</b>	sans	17,81	22,93
	avec	17,03	16,09



**Figure IV.23.** Histogramme de l'effet de l'acide tannique sur le rendement pondéral des concentrés de baryte (essais 3 et 4)

Au vu q' avec l'acide tannique on a une réduction dans le rendement pondéral de concentré de baryte, il apparait que cette réduction est due à la dépression de la calcite par l'acide tannique.

#### IV 3.2.2 Etude de la flottation de baryte par rendement métal

Etude d'efficacité de flottation de baryte par rendement métal exige les teneurs en baryum ou en baryte des concentrés et des résidus des essais de flottation. Ces teneurs ne sont pas effectuées par carence de moyen d'analyse, alors nous avons réorienté cette étude vers la méthode de DRX.

##### a. Effet d'acide oléique 500 g/t (essai 01)

Les diffractogrammes ci-dessus représentent les concentrées 01 et 02 de l'essai 01.

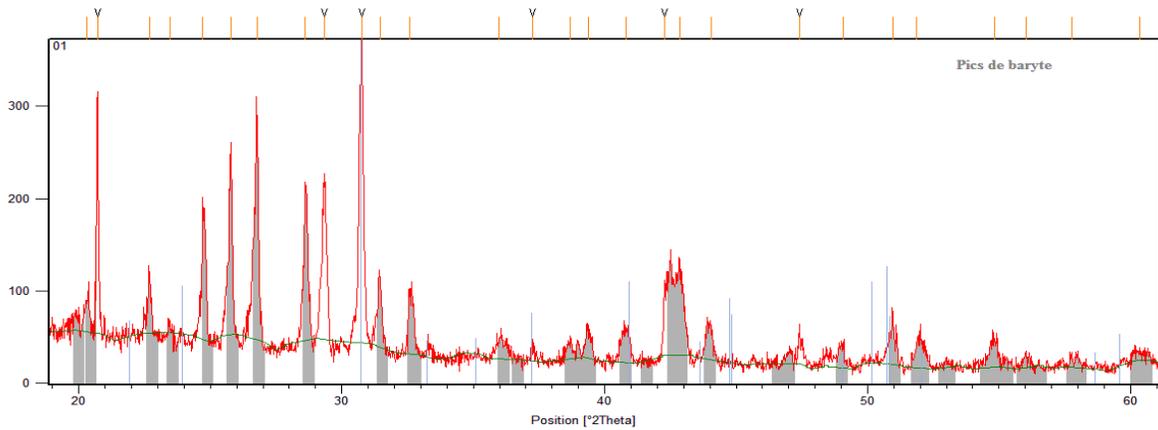


Figure IV.24 Diffractogramme de rayons X de C1 de baryte (essai 01)

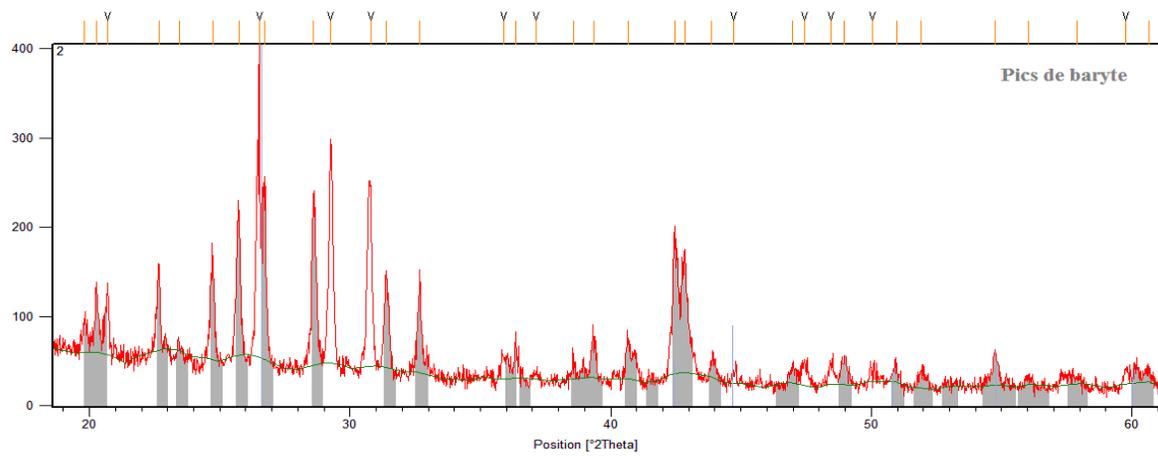
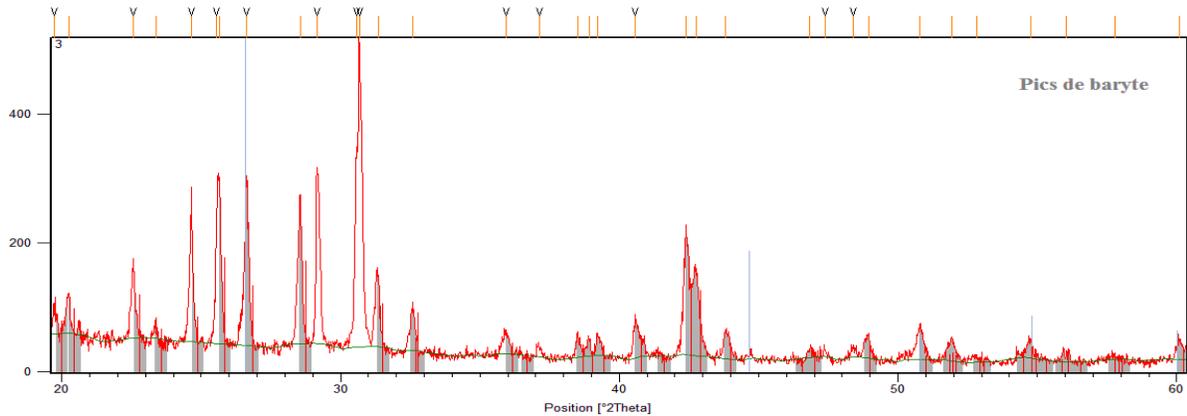


Figure IV.25. Diffractogramme de rayons X de C2 de baryte (essai 01)

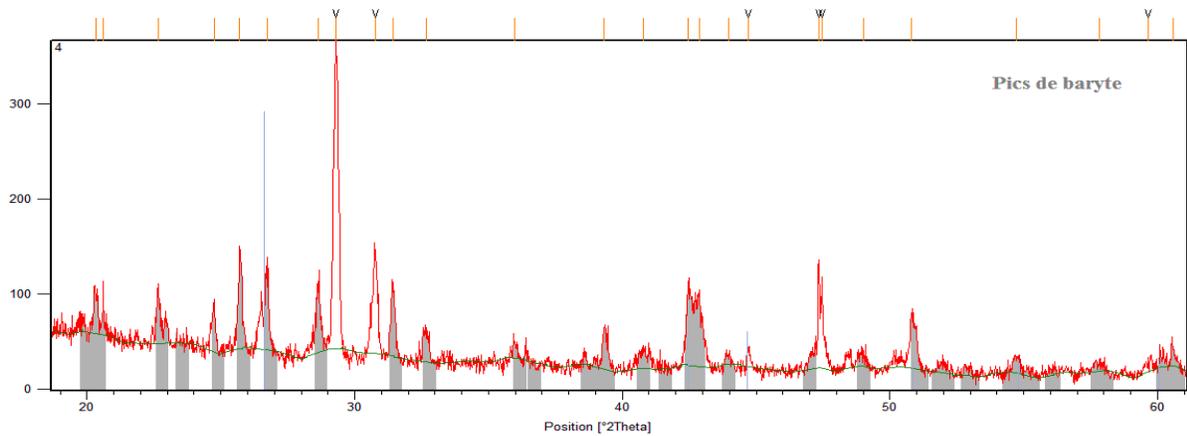
D'après les deux diffractogrammes de DRX de concentrés 01 et 02, on remarque la présence de la majorité des pics caractérisant la baryte ce qui nous laisse à dire que ces deux spectres représentent des concentrés de baryte. Toutefois, on remarque la présence des pics des carbonates et de silice. Alors, suivant la qualité de ces deux spectres nous pouvons avancer que le dosage de 500g/t d'acide oléique sera insuffisant pour avoir une bonne récupération.

**b. Effet de lavage (essai 02)**

Suivant les résultats de notre premier essai, nous avons effectué un essai de flottation. Pour étudier l'effet de lavage de la pulpe juste après les deux étages de flottation de plomb afin d'éliminer les réactifs de flottation de la galène.



**Figure IV.26** Diffractogramme de rayons X de C1 de baryte (essai 02)

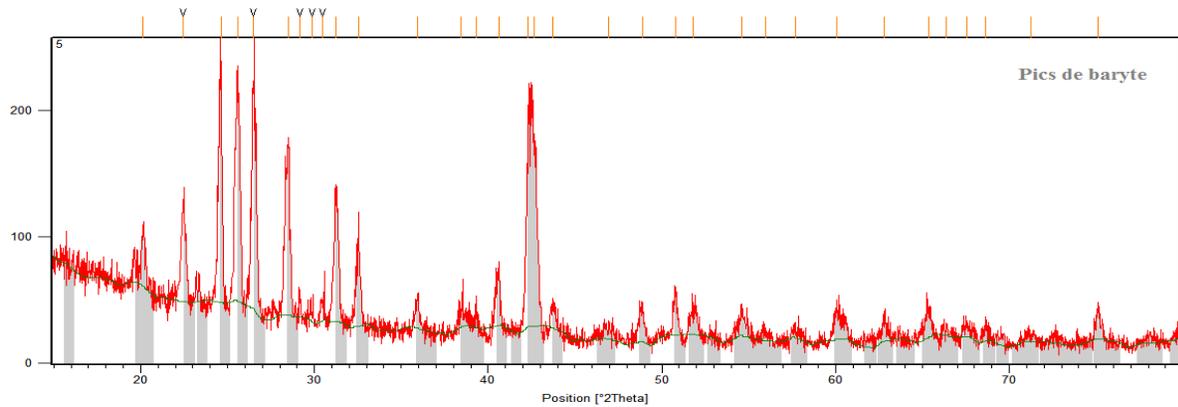


**Figure IV.27.** Diffractogramme de rayons X de C2 de baryte (essai 02)

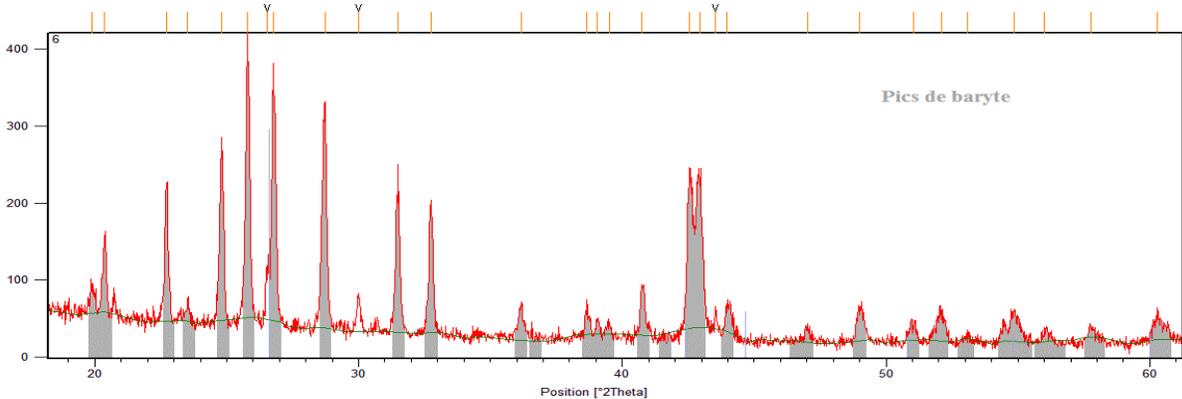
Les deux spectres de DRX caractérisant les deux concentrés de flottation après lavage, présentent tous les pics de baryte mais avec présence des pics de la calcite et de la dolomite ainsi de silice.

**c. Effet de dosage d'acide oléique (essai 03)**

Nos deux précédents essais de flottation nous ont produit des concentrés de baryte avec des impuretés des carbonates et de silice et afin d'améliorer la qualité des concentrés, nous avons effectué un essai permettant d'étudier l'augmentation de la quantité du collecteur acide oléique.



**Figure IV.28.** Diffractogramme de rayons X de C1 de l'essai 03



**Figure IV.29.** Diffractogramme de rayons X de C2 de l'essai 03

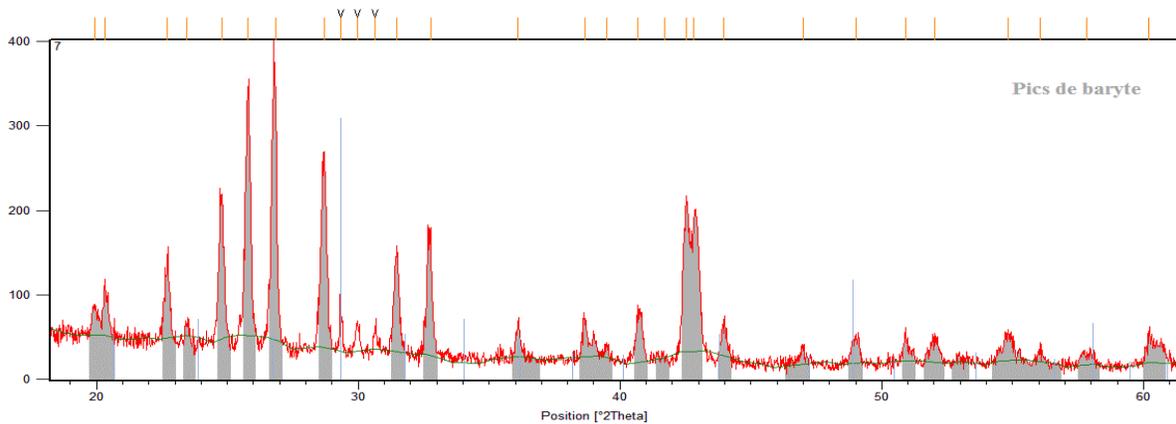
Les deux diffractogramme de DRX des deux concentrés d'essai 03 présentent les pics de baryte clairement et même sont les plus intense ; on distingue aussi les pics caractérisant la calcite et la dolomite mais ils sont moins intenses à ceux des essais précédents.

Alors, On peut conclure que la quantité de l'acide oléique de 800 g/t nous a permis obtenir

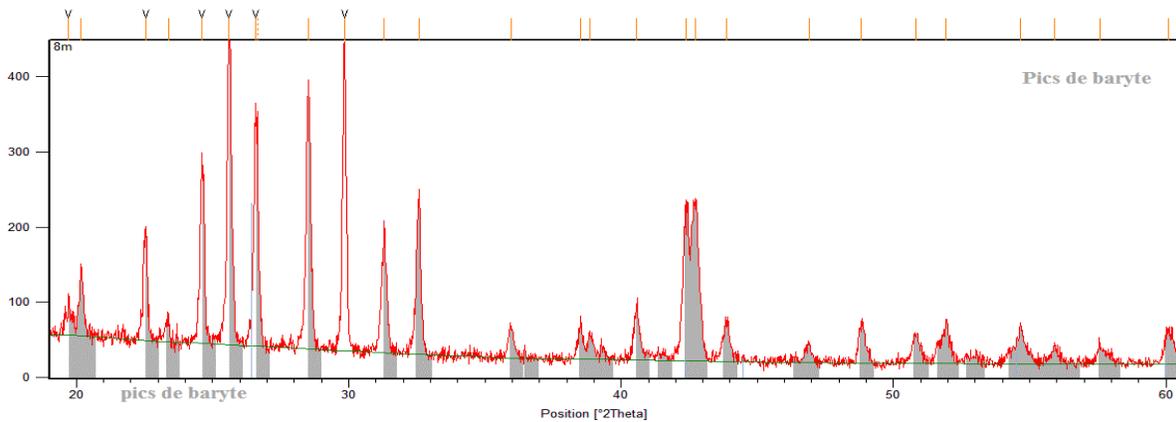
une bonne récupération, argumentée par la qualité des spectres des concentrés de flottation.

**d. Effet de l'acide tannique (essai 04)**

Dans l'essai précédent, nous avons remarqué dans les spectres des concentrés de baryte la présence de trace de carbonate et dans le but d'augmenter la qualité des concentrés, nous avons utilisés l'acide tannique comme deprimant.



**Figure IV.30.** Diffractogramme de rayons X de C1 de l'essai 04.



**Figure IV.31.** Diffractogramme de rayons X de C2 de l'essai 04.

Dans le spectre de DRX du premier concentré de flottation, nous remarquons que les pics les plus intenses sont ceux de baryte avec l'absence totale des pics caractérisant le quartz ainsi que les pics caractérisant la dolomite et calcite sont presque non visibles. La qualité de ce spectre traduit l'effet de l'acide tannique (200 g/t).

Par contre dans le spectre du deuxième concentré, en plus des pics de baryte, on distingue un pic 29, 83 qui ne représentent pas les carbonates. Alors l'ajout de 100 g/t d'acide tannique a un effet positif comme déprimant de calcite pour le deuxième étage de flottation. En fin de notre étude de flottation, nous proposons le schéma de flottation suivant :

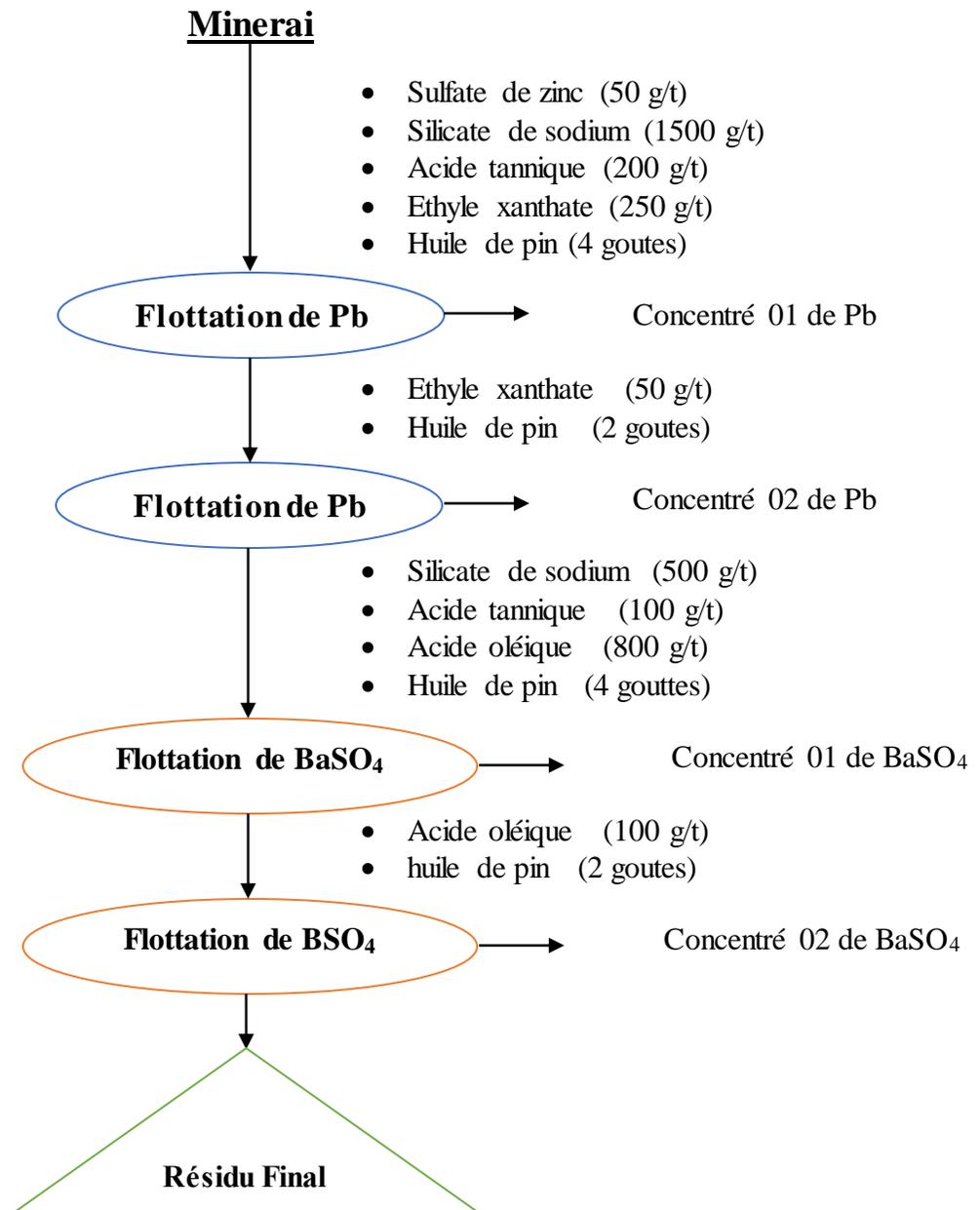


Figure IV.32. Le schéma proposé pour la flottation plombo-barytique.

## Conclusion générale

Notre étude était portée principalement sur la caractérisation granulométrique, minéralogique, chimique, de minerai plombo-barytique de la mine Ichmoul et son enrichissement par la flottation passant par l'étude de consommation des collecteurs sur des échantillons purs de galène et de baryte ainsi qu'une recherche bibliographique, les conclusions tirées sont comme suit :

Caractérisation de minerai :

- L'analyse granulométrique par tamisage : notre minerai est de granulométrie étalée et male gradué après avoir été concassé.
- La caractérisation minéralogique (DRX) : le minerai est bien plombo-barytique, avec la présence d'une gangue principalement carbonaté et silicaté.
- L'analyse chimique (FX et SAA) : la teneur de baryte 37,243 %, et la teneur de plomb 4,31 %.

La recherche bibliographique :

Nous a permis de voir le principe, les réactifs, les machines, les circuits ainsi que les différents paramètres de flottation, mais elle est infructueuse pour le type de minerai de notre cas car on a trouvé qu'elles se diffèrent d'un minerai à l'autre et dépend essentiellement de la composition minéralogique de minerai, en effet on a décidé d'y aller en employant des réactifs qui ont été déjà faites durant la flottation de plomb et de baryte.

L'étude de consommation des collecteurs :

- le dosage de l'acide oléique pour la baryte est au voisinage de 1000 g/t
- le dosage d'éthyle xanthate pour la galène commence par 100 g/t.

Essais de flottation :

L'étude d'efficacité des essais de flottation par DRX et par le rendement pondéral est très concluante pour les paramètres étudiés : la meilleure récupération de la baryte est avec un dosage de 800g/t d'acide oléique, le plomb est de 250 g/t d'éthyle xanthate. Le dosage de l'acide tannique comme déprimant de calcite est estimé à 200 g/t.

## Conclusion générale

La méthode de la mise en solution « évaporation à sec » avec un système ouvert, permet la volatilisation des ions de plomb, en résumé, elle va fausser les résultats.

Enfin, l'objectif de ce travail est atteint en proposant un schéma de flottation de minerai de la mine d'Ichmoul permettant la flottation de la galène et la baryte.

## **Recommandations**

Il est vivement recommandé d'étudier l'efficacité du schéma de flottation proposé par le rendement métal. Nous recommandons aussi lors de mise en solution d'utiliser un système fermé afin d'éviter les pertes en éléments chimiques.

## Références bibliographiques

[1]: **KOUACHI SABRI**, "Étude et Simulation par Modèles Mathématiques des Étapes Élémentaires lors du Contact Particule – Bulle en Flottation", thèse du doctorat, Université mentouri Constantine.

[2]: **Anne GOSSELIN, Denis BLACKBURN et Mario BERGERON**, "Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques", Sainte-Foy (Canada), mars 1999.

[3]: **Société de l'industrie minérale**, "Le recyclage (volume 1)", 2008.

[4]: **La commission européenne**, "Application des techniques de préparation des charbons au lavage des sols imprégnés d'hydrocarbures (lavage des sols contaminés)", 1999.

[5]: **H.SIS, S.CHANDER**, "Reagents used in the flotation of phosphate ores, a critical review. Mineral engineering (16) 577-585", February, 2013.

[6]: **MELANIE PROULX**, "Amélioration du rendement des particules grossières par la stratégie d'addition des réactifs dans un banc de flottation", Mémoire présenté pour l'obtention du grade de maître des sciences. Université Laval, décembre 2000.

[7]: **Gille BAREBERY**, "Flottation machines et circuit. Exploitation" 16 P, Techniques d'ingénieur, A5360.

[8]: **SERGE BOUCHARD**, Traitement du minerai, Flottation, Méthode physique, Québec, Canada, 2008.

[9]: **WILLS**, Mineral processing technology. Elsevier Science & Technology Books October 2006.

[10]: **Maurice C. Fuerstenau, Graeme Jameson and Roe-hoan Yoon**, "Froth flotation" A century of innovation, Society for Mining, Metallurgy and Exploration, inc.

## Références bibliographiques

- [11]: **Jean Marie KANDA NTUMBA**, "Etude de la flottabilité de la malachite à l'aide de l'amyle xanthate de potassium et des acides gras". Cas d'étude : Flottation du minerai oxydé de Kamfundwa au Katanga en RD Congo Thèse de doctorat; Université de Liège, Décembre 2012.
- [12]: **M.slasli**, "modilisation de l'adsorption par les charbons microporeux, approche théorique et expérimentale", these doctorat, université Neuchâtel, 2002.
- [14]: **Satterfield.C.N** heterogenous catalyses, cours dispose an Massasuchatt institute of technology, 1978.
- [15]: **Emilian Koller**, Aide-mémoire Génie chimique, Usine nouvelle DUNOD 3e édition 2009.
- [16]: **Pierre BLAZY, El-Aid JDID** ; Aspects pratiques ; Techniques d'ingénieur ; P22 ;
- [18]: **G. Bhaskar Raju, S. Prabhakar and S. Subba Rao**; Studies on the Beneficiation of Barite; National Metallurgical Laboratory (Madras Centre).
- [19]: **SRDJAN M.BULATOVIC**; Handbook of flotation Reagents, chemistry, theory and practice, 2015, (chapter 34 beneficiation of barite ores, pages 129-141)
- [20]: **DRGM/RP 57531-FR** ; Identification des réactifs chimique potentiellement présentes dans les déchets de l'industrie extractive, juin 2009.
- [21]: **Georges ALTHABEGOÏTY et Jacques GODFROI** ; Métallurgie du plomb, par techniques de l'ingénieur, M 2 264 P22.
- [22]: **S AMAROUCHE**, Flottation de minerai sulfurés cas d'un échantillon de Oued Amizour, Juin 1994
- [23]: **Djoudi MERABET, MAHTOUT Leila**, " valorisation et traitement physico-chimique du minerai plombo-zincifère d'Amizou " , rapport finale, AC39705, octobre 2001 université de Bejaïa (Algérie).

## Références bibliographiques

- [24]: **Pierre BLAZY**, la valorisation des minerais, Vendôme (France) 1970
- [25]: **Karim MOSSACEB**, cours de traitement et valorisation des rejets, université de Bejaïa, 2015.
- [26]: **AZIMI** " flux et bilan de retombé atmosphérique de métaux en île de France " , thèse doctorat, école national de ponts et chaussées (France), 2004.
- [27]: **MAHTOUT Leila**, Influence de la consommation des réactifs de flottation sur la sélectivité des métaux Pb/Zn (Mine Amizour), Mémoire de doctorat, université de Sétif
- [28]: **SONMEZ <sup>a</sup>**, **Y. CEBECI <sup>B</sup>**, "A study on spherical oil agglomeration of barite suspensions", International Journal of mineral processing, 2013.
- [29]: **Chompak Pirayavaraporna, Thomas Radesc, Keith C. Gordonb, Ian G. Tucker** Quantification of the types of water in Eudragit RLPO polymer and the kinetics of water loss using FTIR, International Journal of Pharmaceutics, 2013.
- [30]: **MERABET Djoudi, PIVAN jean Yves**, "caractérisation du phosphate noir de djebel Onk et influence de la matière organique sur la chaîne de traitement", 2002-2006.

## Webgraphie

[13]: [www.inpac.org](http://www.inpac.org), international union of pure and applied chemistry " monolayer and multilayer adsorption: adsorbent /fluid interface", 2015.

[17]: <http://www.fossilraptor.be/baryte.htm> , 2015.

## Annexe 01

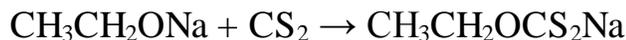
### **I. Présentation des réactifs de flottation utilisée**

#### **I.1 Les collecteurs**

##### **I.1.1 Ethyle xanthate**

L'éthyle xanthate est un composé organo-sulfure de la formule chimique  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCS}_2\text{Na}$ . C'est une poudre jaune pâle, de densité 1.26, employé principalement dans l'industrie minière comme collecteur de flottation

Les xanthates sont préparés par l'action des alcools sur le disulfure de carbone



Il est relativement stable à haut pH et rapidement hydrolyses à  $\text{pH} < 9$  à 25 °C. L'éthyle xanthate de sodium est adsorbé facilement sur la surface des sulfures pleins

##### **I.1.2 Acide oléique**

L'acide oléique, présent dans certaines huiles, est un acide gras insaturé de formule chimique  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$  et de densité **0.89**.

Les acides gras insaturés sont des acides carboxyliques contenant plus de 10 atomes de carbone et une ou plusieurs doubles liaisons carbone-carbone. Leur formule brute est de la forme  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1-2d}\text{COOH}$  ou d est le nombre de doubles liaisons.

#### **I.2 Moussant**

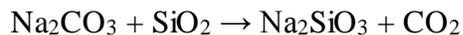
##### **I.2.1 Huile de pin**

Huile de pin c'est une huile d'un arbre appelé pin sylvestre. Le Pin sylvestre est une espèce d'arbre de la famille des Pinacée naturellement présent dans une grande partie de l'Europe tempérée et boréale et jusqu'en Sibérie orientale.

## I.2 Les déprimants

### I.2.1 Silicate de sodium

Le silicate de sodium (ou Sel disodique de l'acide silicique ou Trioxosilicate de sodium) est une substance chimique de formule  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , inodore et très soluble dans l'eau. C'est une *base forte* formant des solutions très alcaline, corrosive pour la peau et les muqueuses (pH 13 en solution à 1 %). Le (méta) silicate de sodium se forme naturellement par réaction de la silice (dioxyde de silicium) avec le carbonate de sodium à l'état fondu. On obtient du silicate de sodium et du dioxyde de carbone.

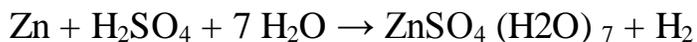


### I.2.2 L'acide tannique

L'acide tannique est un polyphénol de la famille des tanins. Il est présent dans de nombreuses plantes, en particulier l'écorce du chêne et du Séquoia à feuilles d'if. On le trouve dans toutes les parties de la plante, graines, galle, cônes et bois. C'est un composé jaune à marron clair fortement soluble dans l'eau (un gramme par 0,35 mL d'eau). De formule chimique  $\text{C}_{76}\text{H}_{52}\text{O}_{46}$  avec une masse molaire de **0,0782 g/mole** C'est un acide faible avec un pKa autour de 10.

### I.2.3 Sulfate de zinc

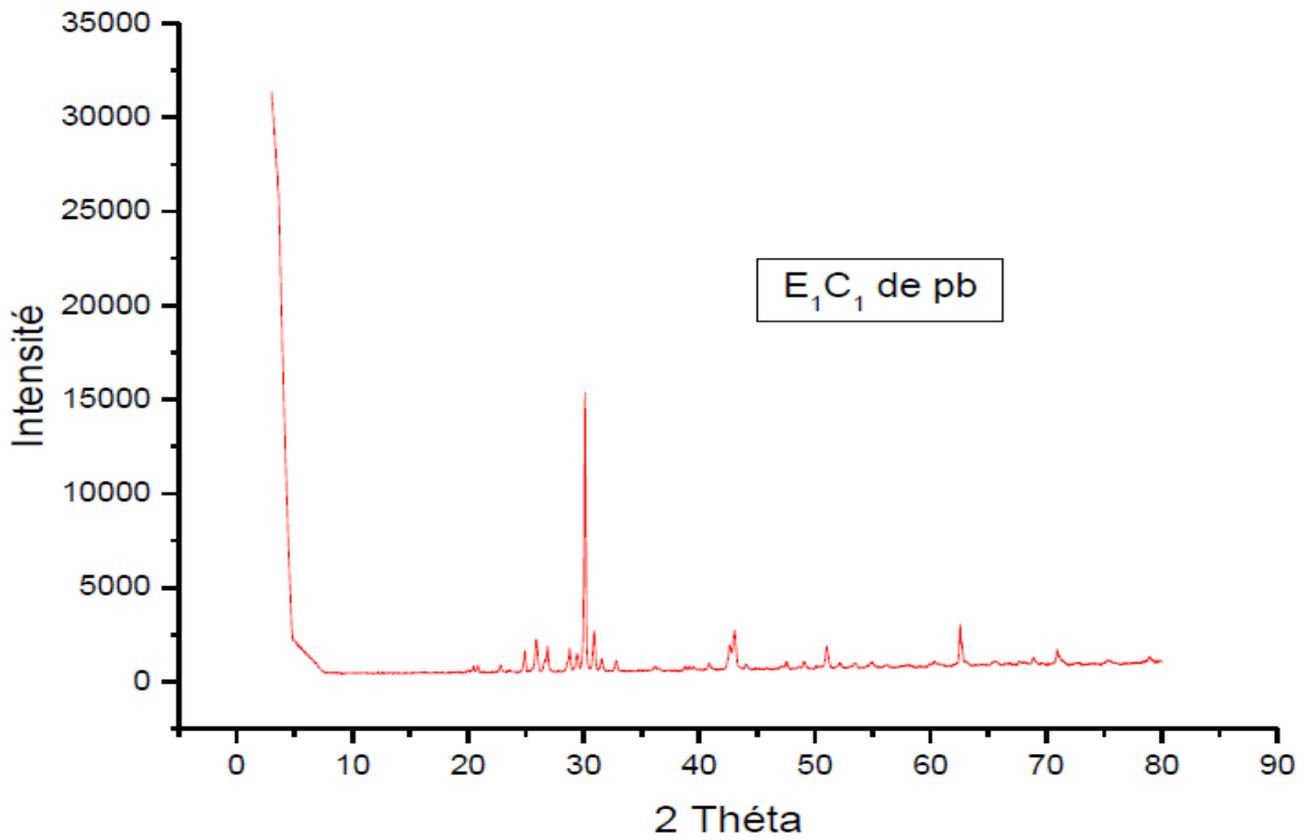
Le sulfate de zinc ( $\text{ZnSO}_4$ ) On l'obtient au laboratoire en faisant réagir de l'acide sulfurique sur le zinc:



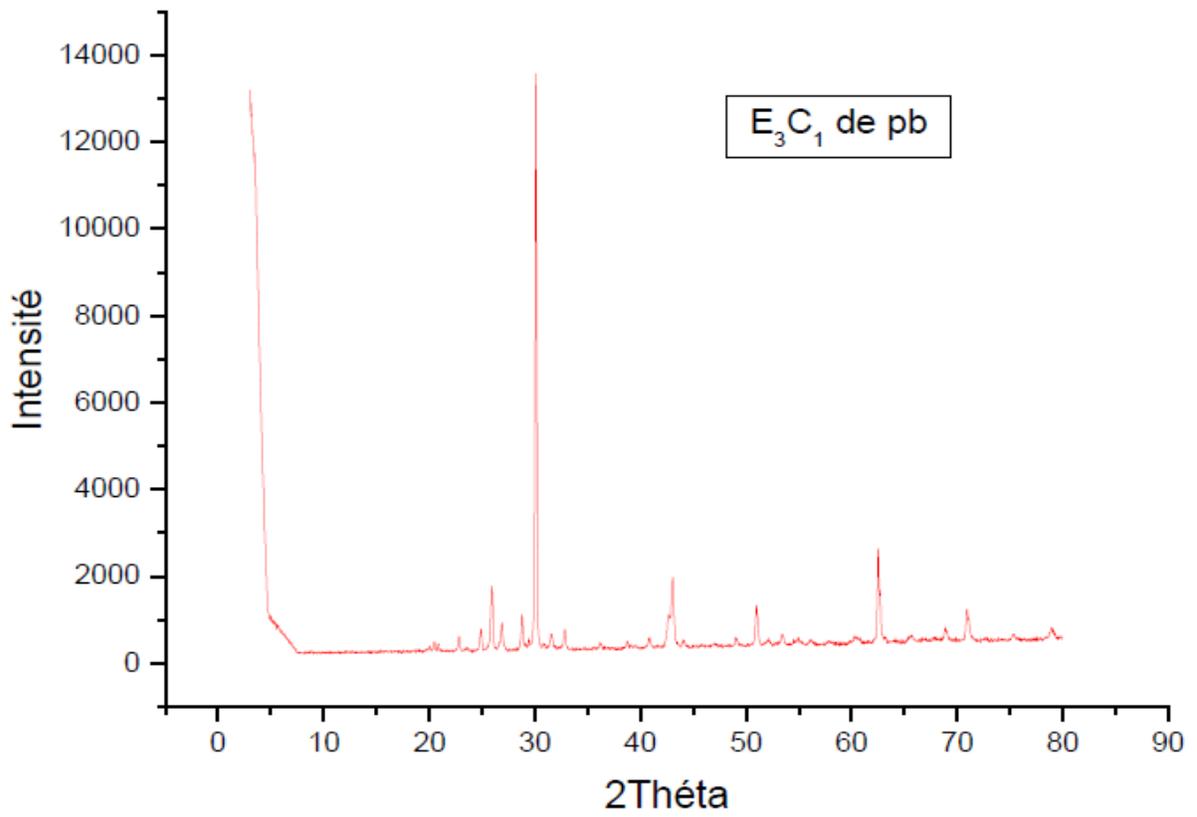
C'est un composé de couleur blanche, soluble dans l'eau, d'une densité de 3,74. Il est utilisé pour la conservation du cuir et du bois, le blanchiment du papier, le placage au zinc... (Etc.).

## Annexe 02

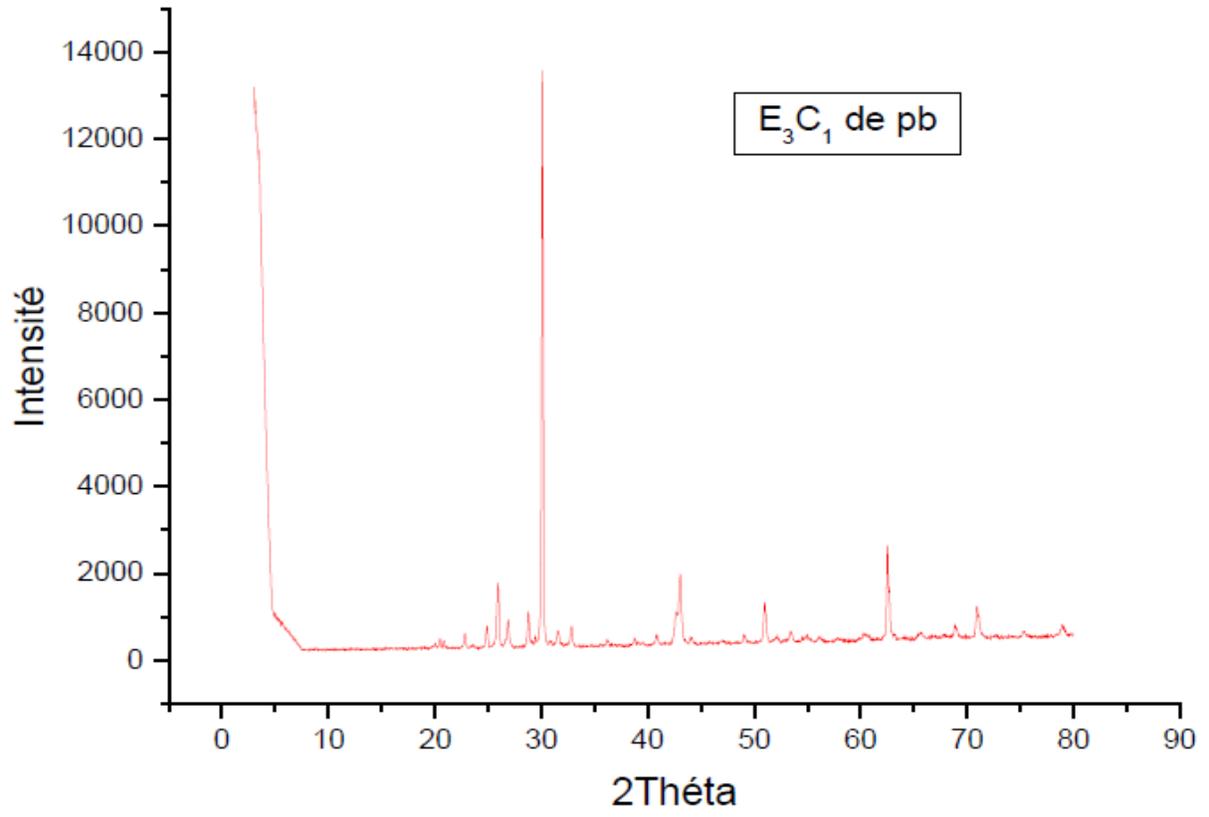
### Diffractogramme de DRX de certains concentrés de plomb



Diffractogramme DRX de concentré 01 de l'essai 01



Diffractogramme DRX de concentré 01 de l'essai 03



Diffractogramme DRX de concentré 01 de l'essai 03

## **Résumé**

L'ancienne mine d'Ichmoul (wilaya de Batna) dispose une minéralisation plombo-barytique importante, l'étude de caractérisation minéralogique et chimique portée sur le minerai nous a permis de confirmer qu'il est riche en le plomb et en baryte, la meilleure méthode d'enrichissement de ce type minerai est bien la flottation.

La présente étude a pour objectif de valoriser ce minerai par la méthode de flottation sélective par étage en produisant des concentrés de plomb et de baryte. Les essais de flottation ont été basés sur l'influence de certains paramètres technologiques. L'efficacité de flottation a été basée essentiellement sur la composition minéralogique des spectres DRX ainsi le rendement poids.

**Mots clé :** Flottation, Galène, Baryte, mine Ichmoul, acide oléique, xanthate

## **Abstract**

The old mine of Ichmoul (wilaya of Batna) lays out a significant lead-barite mineralization, the mineralogical study of characterization and chemical range on the ore enabled us to confirm that it is rich in lead and barite, the best method of enrichment of this ore type is well flotation.

The present study aims to develop this ore by the method of selective flotation per stage by producing barite and lead concentrates. The tests of flotation were based on the influence of certain technological parameters. The effectiveness of flotation was based primarily on the mineralogical composition of spectra DRX thus the output weight

**Key words:** Flotation, Galena, Barite, Ichmoul mine, oleic acid, xanthate